

## Resumen

Este trabajo evalúa el comportamiento del daño por contacto en cerámicas de zircona 3Y-TZP sometida a diferentes tiempos de degradación hidrotérmica (0, 5, 10, 30 y 60 horas), mediante la utilización de metodologías de indentación esférica (hertziana)

Se analiza el comportamiento plástico del material mediante la evaluación del daño que se genera producto de la aplicación de cargas monotónicas en la superficie. Así mismo se desarrolla un mapa de daño y se evalúa el comportamiento de la resistencia del material.

La investigación está enfocada principalmente en demostrar cómo se incrementa el comportamiento plástico del material a medida que crece el porcentaje de fase monoclinica producto de la degradación hidrotérmica.

Los resultados obtenidos muestran que a medida que se incrementa la degradación en el material 3Y-TZP se produce una caída de sus propiedades mecánicas iniciales volviéndose mas dúctiles. La observación de las huellas de indentación para diferentes tiempos de degradación permite corroborar los estudios anteriores, sobre cómo evoluciona la microestructura y el comportamiento mecánico en función de los niveles de degradación.

Así se confirma que el aumento de la plasticidad de este material es una función directamente proporcional al tiempo de degradación, producto del incremento de fase monoclinica.





**1- Introducción - presentación del proyecto****2- Teoría**

## 2.1- La Circona 3Y-TZP

## 2.1.1- Propiedades químicas y microestructura

## 2.1.2- Propiedades mecánicas

## 2.2- Degradación

## 2.3- Teoría del contacto Hertziano

## 2.3.1- Fundamentos de la mecánica de contacto Hertziano

## 2.3.2- Contacto normal entre sólidos elásticos

## 2.3.3- Campo de tensiones hertziano

## 2.3.4- Mecanismos de daño por contacto hertziano

## 2.3.5- Carga crítica para el inicio de fisuras cónicas

**3- Procedimientos experimental**

## 3.1- Preparación de material

## 3.1.1- Fabricación del material

## 3.1.2- Corte y pulido

## 3.1.3- Degradación

## 3.2- Caracterización microestructural y análisis de la densidad

## 3.3- Ensayos de Indentación (metodología y secuencia de pasos)

## 3.4- Análisis del daño generado por indentación Hertziana

## 3.5- Resistencia del material (B3B)

## 3.6- Microscopio electrónico de barrido

**4- Análisis de los Resultados**

## 4.1- Mapas de daño

4.1.1- Mapas de daño para  $D = 2.5\text{mm}$ 4.1.2- Mapas de daño para  $D = 1\text{mm}$ 4.1.3- Mapas de daño para  $D = 5\text{mm}$ 

## 4.2- Imágenes de las huellas de indentación

## 4.3- Resistencia mecánica

## 4.4- Influencia de la degradación sobre las propiedades mecánicas

**5- Conclusiones****6- Coste económico****7- Impacto medioambiental****8- Referencias Bibliográficas**





# 1-Introducción - presentación del proyecto

El empleo de materiales cerámicos avanzados está cada vez más difundido en una gran variedad de aplicaciones en las que se requieren unas buenas propiedades tribológicas o funcionales. Ejemplo de ello son los materiales como la Y-TZP (circona tetragonal policristalina dopada con itria). La cual abarca un sin número de aplicaciones industriales y tecnológicas, dentro de ellas podemos destacar su uso como biomaterial pues desde hace mas de 20 años se utiliza en las cabezas de fémur (prótesis de cadera) y más recientemente en implantes dentales debido a un factor estético [1].

Sin embargo, la degradación a baja temperatura (DBT) que sufre este material y los efectos de las cargas cíclicas sobre el mismo representan una limitante importante para sus aplicaciones potenciales como biomaterial.

Así pues, es importante establecer la relación entre microestructura, degradación a baja temperatura y el efecto de estos factores en la tolerancia al daño de las Y-TZP.

La investigación estará enfocada en aquellos puntos en los que se requiere una mayor comprensión con el fin de explotar el potencial de las Y-TZP para aplicaciones biomédicas. De hecho, existen muchas cuestiones para ser investigadas que son de extrema importancia a la hora del diseño, de cara a la durabilidad de los componentes y para las cuales no hay respuestas en estos momentos.

El estudio que se pretende desarrollar enmarca como **objetivo principal: el análisis de la respuesta del material a cargas de contacto, así como su interrelación con la DBT, para evaluar la funcionalidad del material como implante.** El mismo se desarrollará mediante metodología de indentación esférica (Hertziana), ya que esta permite la evaluación de propiedades mecánicas y la determinación de la resistencia del material, además de representar efectivamente las sollicitaciones a las que estos materiales son sometidos durante su servicio.



**Objetivos Específicos:**

1- Análisis de las tres etapas de daño desde la aparición de deformación permanente en la superficie bajo distintas condiciones de carga, al desarrollo de daño sub-superficial de tipo frágil o cuasi-plástico (desconche superficial, formación de grieta anillo y/o micro-agrietamiento), y finalmente el fallo catastrófico del material bajo condiciones de cargas de contacto severas.

2- Realizar el análisis para condiciones extremas de carga como para condiciones que reproduzcan los mecanismos de trabajo normales a los cuales se ve sometido este material en los sistemas protésicos antes mencionados. En particular, se analizara la respuesta del material bajo contacto en función del desajuste elástico entre la capa degradada y el material sin degradar (substrato), con el objeto de diseñar materiales de Circona con mayor resistencia a las carga de contacto.

De los factores que influyen en el comportamiento funcional de una prótesis, el más relevante es el material, dado que es el que va a condicionar la resistencia a largo plazo de la sustitución tanto para cargas normales de trabajo como para situaciones excepcionales donde se puede presentar sobrecargas mecánicas.

Otro de los factores de diseño que adquiere una importancia trascendental en el buen desempeño de este tipo de sustituciones protésicas son las tensiones de contacto superficial, pues estas son la causa, tanto, de la fatiga del material del implante, como, del desgaste de la superficie articular; fenómenos conocidos de antemano como dos de los problemas fundamentales de naturaleza biomecánica que constituyen la causa de la mayoría de los recambios protésicos.

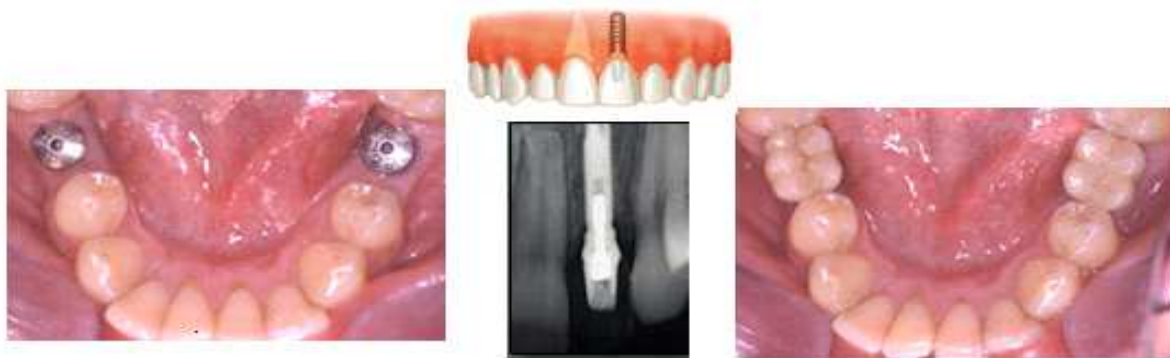
El complejo estado de tensiones que se desarrolla durante el trabajo de estos componentes afecta y determina de manera cualitativa los mecanismos de fallo de estos materiales. En las sustituciones protésicas por lo general, se presentan estados de tensiones variables en el tiempo y diferentes para cada una de las partes que componen la prótesis en sí.

En este tipo de componentes las solicitaciones mecánicas son únicas para cada implante pues dependen de una serie de factores que incluyen a las condiciones físicas y antropométricas del paciente, la destreza del ortopédico o estomatólogo que realiza la



intervención quirúrgica, así como, los factores clínicos de montaje que se siguen en la cirugía.

Las aplicaciones de este material que se pretende estudiar en este trabajo, son aquellas que se enmarcan en específico en sustituciones protésicas de prostodoncia<sup>1</sup> y de implantología<sup>2</sup> (ver figura 1.1).



**Fig. 1.1:** Aplicaciones dentales

<sup>1</sup> Rama de la odontología que se encarga de devolver la función, anatomía, fonación y estética alteradas del aparato estomatognático como consecuencia de la pérdida de uno o más dientes.

<sup>2</sup> Especialidad odontológica que se dedica a la reposición de órganos dentarios perdidos por medio de la instalación de postes de titanio incrustados en los maxilares, a manera de raíces (dentro del alveolo óseo) y que luego pueden portar dientes artificiales.





## 2- Teoría

### 2.1- La Circona 3Y-TZP

Antes de la publicación en la revista Nature del artículo titulado “Ceramic Steel?” por Garvie Hannink y Pascoe [2], hace ya treinta años, el empleo de la circona ( $\text{ZrO}_2$ ) como cerámica estructural o avanzada carecía de interés, estando limitado su uso a ciertas aplicaciones como material refractario [3].

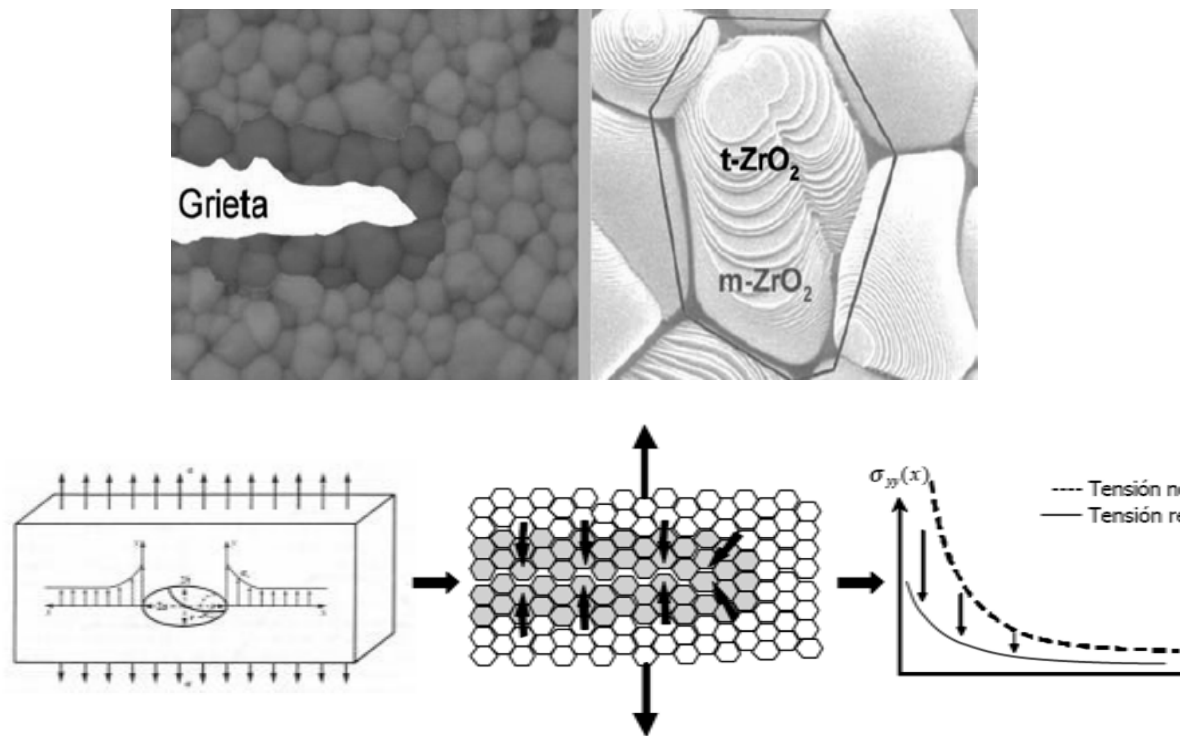
Ese artículo va a marcar el comienzo de una nueva era en el reconocimiento del potencial para tratar de hacer frente a la tradicional fragilidad de las cerámicas. Hoy en día, este potencial ha sido ampliamente investigado y desarrollado comercialmente en diversas familias de cerámicas reforzadas con circona (ZTC).

El objetivo principal de todos los procesos de fabricación de estos materiales es la producción y retención de la fase metaestable tetragonal ( $t\text{-ZrO}_2$ ) que es capaz de transformarse a monoclinica ( $m\text{-ZrO}_2$ ) a o cerca de temperatura ambiente bajo la acción de un esfuerzo aplicado. La composición se controla cuidadosamente por medio de la adición de cationes aliovalientes y un tratamiento térmico adecuado para así alcanzar la microestructura deseada y evitar la transformación espontánea al enfriar hasta temperatura ambiente.

Las aleaciones de circona, presentan una alta resistencia y tenacidad, alcanzándose una resistencia a la fractura de 1400 MPa y una tenacidad de hasta 12  $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ . La razón principal del incremento en estas propiedades se debe a la existencia de un mecanismo de transformación de fase tetragonal – monoclinica ( $t\text{-}m$ ) (ver figura 2.1), que induce una tenacidad adicional a la intrínseca del material en cuestión.

Esto es una consecuencia directa de la acomodación del cambio de volumen asociado a la transformación, la cual genera un campo de esfuerzos compresivos entorno a la punta de la fisura que se opone a la propagación de ésta, mientras que la energía asociada a la componente de la deformación de cizalla contribuye al incremento de la energía de fractura [4].





**Fig. 2.1:** Mecanismo de incremento de la tenacidad [5]

### 2.1.1-Propiedades químicas y microestructura

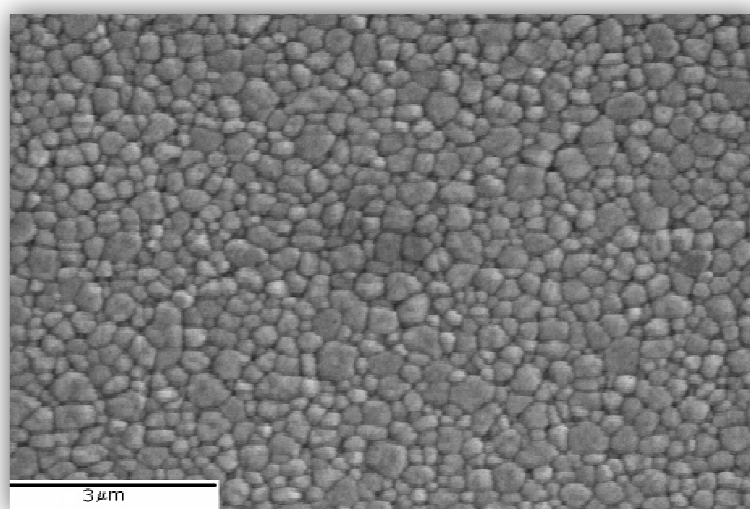
$\text{ZrO}_2$  es un óxido derivado del elemento circonio. En la naturaleza encontramos la Circona bajo varias formas como el Baddeleyite (mineral raro de óxido de Zirconio que se encuentra mayoritariamente en África del Sur) y el silicato de Zirconio  $\text{ZrSiO}_4$  que principalmente se encuentra en África del Sur y en Australia. Este último está presente en mucha mayor cantidad sobre nuestro planeta que la Baddeleyite, por lo cual la base de la producción industrial de Circona se basa en el  $\text{ZrSiO}_4$ .

En la actualidad aunque existen muchos tipos de cerámicas de Circona disponibles, sólo tres de estas aleaciones son usadas en odontología por el momento. Estas son yttrium cation-doped tetragonal Circona polycrystals (3Y-TZP), magnesium cation-doped partially stabilized Circona (Mg-PSZ) y Circona-toughened alumina (ZTA).

Uno de los sistemas que ha hallado un campo de aplicación mayor es el basado en Y-TZP (Circona Tetragonal Policristalina dopada con cationes de Itria-normalmente añadidos como  $\text{Y}_2\text{O}_3$  en el rango 2-3% molar). Las cerámicas del tipo Y-TZP están formadas completamente por granos tetragonales con un tamaño del orden de unos pocos cientos de nanómetros.



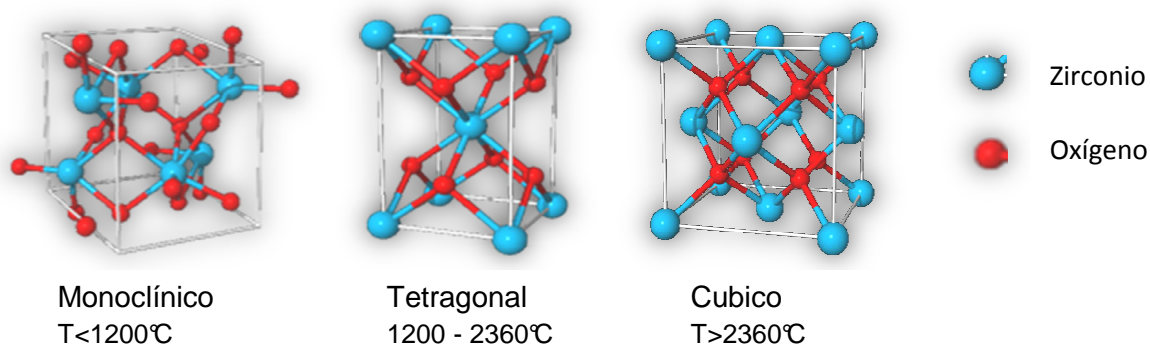
Cuando se observa la microestructura de una circona utilizado en odontología, la presencia de poros es mínima y se puede ver un crecimiento homogéneo de los granos con una estructura muy fina: donde el tamaño del grano puede variar entre 200 y 500 nanómetros. Esto permite obtener bordes de granos muy finos y un nivel de defectos superficiales mínimos.



**Fig. 2.2:** 3Y-TZP para aplicaciones dental (SEM) [6]

En nuestro caso analizaremos un material Y-TZP con un contenido de 3 mol% de itria ( $Y_2O_3$ ) como estabilizador suministrado por la empresa japonesa TOSOH. En este material los cationes tanto del estabilizante  $Y^{3+}$  como del zirconio como tal  $Zr^{4+}$  se distribuyen sobre los sitios cationicos al azar, permitiendo alcanzar la neutralidad eléctrica por la creación de puestos vacantes de oxígeno.

La Circona puede asumir tres formas polimórficas dependiendo de la temperatura.

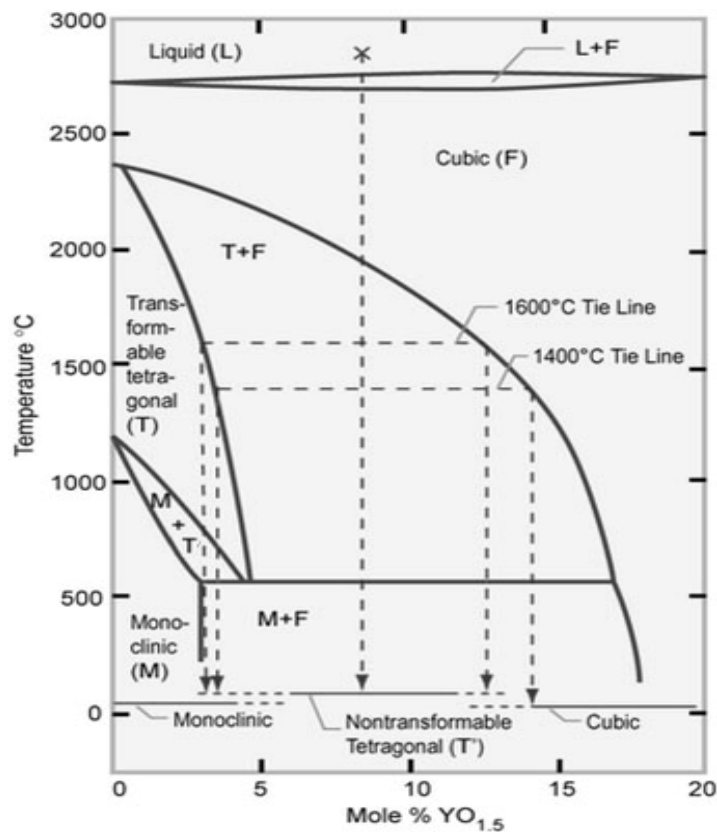


**Fig. 2.3:** Las tres formas polimórficas de la Circona



En temperatura ambiente y hasta los 1170°C, la Circona es monoclinica .La estructura es tetragonal entre 1170 y 2370°C y cúbica encima de 2370° C y hasta el punto de fusión. [7] (ver figura 2.3 y 2.4)

La transformación de la fase tetragonal (t) a la fase a la monoclinica (m) durante el enfriamiento es acompañada por un aumento sustancial del volumen (~4.5 %) suficiente para provoca el micro-agrietamiento del material. Esta transformación es reversible y comienza a partir de los 950°C.



**Fig. 2.4:** Diagrama de fase de ZrO<sub>2</sub> con itria [6]

Sin embargo, hay que saber que los límites de la zona de existencia de las fases cúbica y tetragonal no son conocidos con exactitud, de manera que existe una incertidumbre de por lo menos un 3 % en la proporción de fases presentes.

Este diagrama tiene la particularidad que la transformación eutectoide, la cual se produce a una temperatura relativamente baja (565 °C), no se produzca en condiciones de enfriamiento típicas del procesamiento de estos materiales, debido a que por debajo de 1200 °C la difusión catiónica es muy lenta. En el diagrama de fases de la figura 2.4, se puede ver que la región de coexistencia de las fases tetragonal y monoclinica está





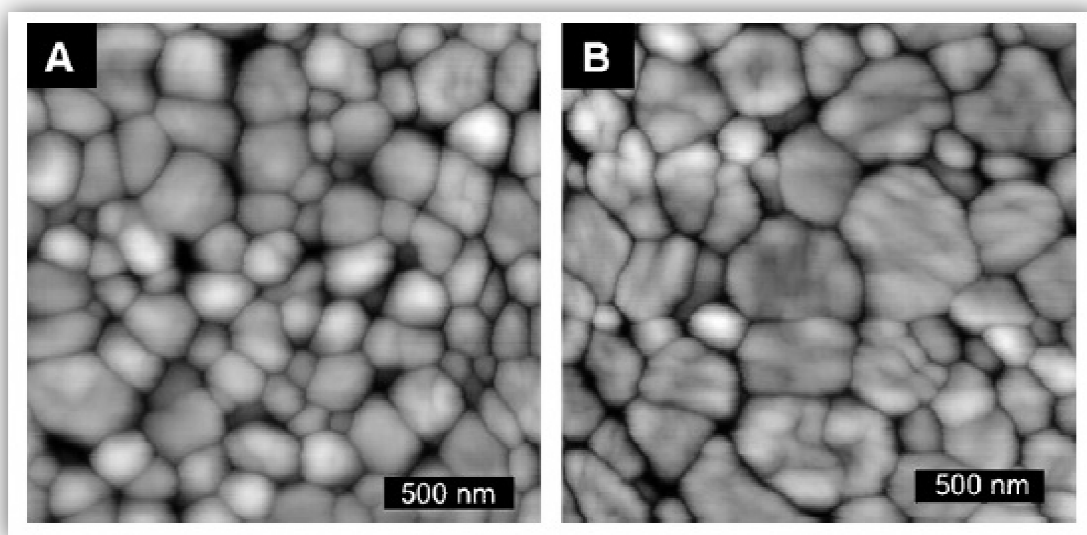
comprendidas entre 1200 °C (circona pura) hasta un valor un poco menor de 600 °C, según la cantidad de estabilizante.

### 2.1.2-Propiedades mecánicas

Las propiedades mecánicas dependen de la pureza, la densidad, la porosidad, el tamaño de grano, la estructura cristalina (proporción de fase monoclinica), características geométricas, y del estado de la superficie del material utilizado. Cuanto más cerca este la densidad de nuestro material de la densidad teórica, mayor se la resistencia mecánica y la resistencia al desgaste.

El tamaño de grano para estos materiales no solo determina las propiedades mecánicas sino que influye en la transformación  $T \rightarrow M$  mientras más pequeños sea el grano ( $<1\mu\text{m}$ ) menor será la velocidad de transformación. Además, se considera que por debajo de un cierto tamaño de grano ( $\sim 100\text{nm}$ ), la transformación no es posible, conduciendo a la reducción de la tenacidad de fractura.

Por consiguiente, las condiciones de sinterización tienen un fuerte impacto tanto sobre la estabilidad como sobre las propiedades mecánicas del material, debido a que temperaturas de sinterización más altas y tiempos de sinterización más largos conducen al crecimiento del grano. [8]



**Fig. 2.5:** Imágenes de AFM de 3Y-TZP sinterizada (A) 1300. (B) 1450 °C



La circona tiene propiedades mecánicas muy interesantes: alta tenacidad de fractura, modulo elástico y dureza. Estas excelentes propiedades han convertido a estos materiales en los candidatos idóneos para elaborar prótesis cerámicas en zonas donde se requiere un alto desempeño mecánico

<i>Composición</i>	<b>ZrO<sub>2</sub> - Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (3%mol)- Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Na<sub>2</sub>O ( &lt;0,1%)</b>	
<i>Densidad Teórica</i>	6,1	g/cm <sup>3</sup>
<i>Porosidad</i>	2	%
<i>Modulo Elástico</i>	240	GPa
<i>Dureza</i>	10 - 14	HV/GPa
<i>Tamaño de Grano</i>	0,3	μm
<i>Coeficiente de Fractura</i>	5.0 - 5.7	Mpa.m <sup>1/2</sup>

**Fig. 2.6:** Propiedades del material producto en nuestro laboratorio [6]

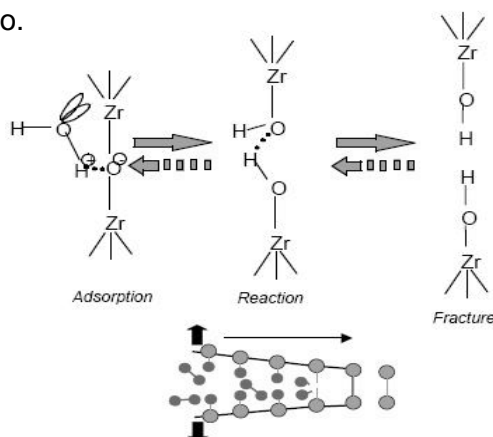


## 2.2- Degradación

La tensión de rotura de los materiales cerámicos se sabe que es inversamente proporcional al defecto más grande o crítico presente de la microestructura, según lo descrito por la ley de Griffith. De acuerdo con esta ley general, se podría en principio poder diseñar componentes de cerámica estructurales con un tamaño dado del defecto de manera tal que las tensiones aplicadas durante su uso fueran siempre inferiores a la tensión de rotura del material.

No obstante, el rasgo desfavorable característico de los materiales cerámicos es que al estar su microestructura agrietada, el defecto puede crecer en cortos periodos de tiempo incluso cuando las tensiones aplicadas al componente están por debajo de la tensión de rotura.

Esto principalmente ocurre debido a un mecanismo de tensión - inducida por la corrosión que ocurre en la extremidad de la grieta, donde las moléculas de agua obran recíprocamente con el material cerámico provocando la rotura de los enlaces iónico-covalentes del óxido metálico.



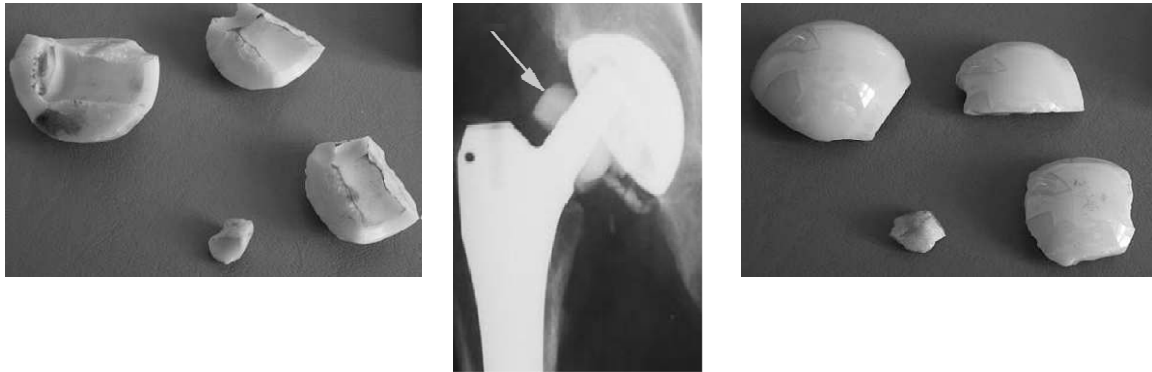
**Fig. 2.7:** Mecanismo de degradación

Como resultado de este fenómeno se produce un crecimiento de la grieta, se reduce la tenacidad a la fractura del material gradualmente hasta que alcanza el nivel de la tensión aplicado en las condiciones de carga normales de trabajo, conduciendo a una falla precipitada. En los años ochenta Kobayashi y col. [9] reportaron por primera vez el fenómeno de degradación a baja temperatura (DBT) asociado con el envejecimiento de las cerámicas Y-TZP densas a temperaturas relativamente bajas (150-400 °C). Estos autores fueron capaces de mostrar que al envejecer Y-TZP, con contenidos de  $Y_2O_3$  en el rango 4,5 - 6% molar, a 300 °C por largos períodos, se producía una transformación parcial a m-ZrO<sub>2</sub>, que estaba acompañada de un agrietamiento considerable y de una



pérdida de resistencia en el material. Esto ocasionó muchas investigaciones, principalmente en Japón, entorno al fenómeno de envejecimiento en Y-TZP con menos de un 4% molar de  $Y_2O_3$ , ya que, en ese tiempo, estas soluciones sólidas ofrecían un enorme potencial para aplicaciones de ingeniería debido a su mejor resistencia mecánica y tenacidad [10-12].

Posteriormente se produjeron una serie de casos entre los años 1999 y 2003 donde los implantes de cadera con componentes de Y-TZP sufrieron roturas catastróficas de la cabeza femoral, reflejándose tiempos promedio de fallo aproximados de 3 años (*ver figura 2.8*) provocando una crisis en los pacientes y en el sistema de salud internacional trayendo como consecuencia que en la comunidad científica internacional se desarrollaran numerosos estudios para determinar los mecanismos de degradación y la fiabilidad de este material.



**Fig. 2.8:** Fractura de cabezas femorales de Y-TZP

La conclusión principal de las investigaciones llevadas a cabo en Y-TZP ha sido que la estabilidad durante la vida en servicio de los componentes de Y-TZP es la clave para conseguir la función esperada. Estas investigaciones arrojaron cuales eran los puntos esenciales sobre el envejecimiento a baja temperatura de Y-TZP [13]:

- (1) El rango de temperatura más crítico es 200-300 °C.
- (2) Los efectos causados por este envejecimiento son la reducción de la resistencia mecánica, de la tenacidad y de la densidad, así como el aumento del contenido de fase monoclínica.
- (3) La degradación de las propiedades mecánicas es debido a la transformación tetragonal a monoclínica (t-m), que tiene lugar junto con micro y macroagrietamiento del material.
- (4) La transformación t-m empieza en la superficie y progresa hacia dentro del material.

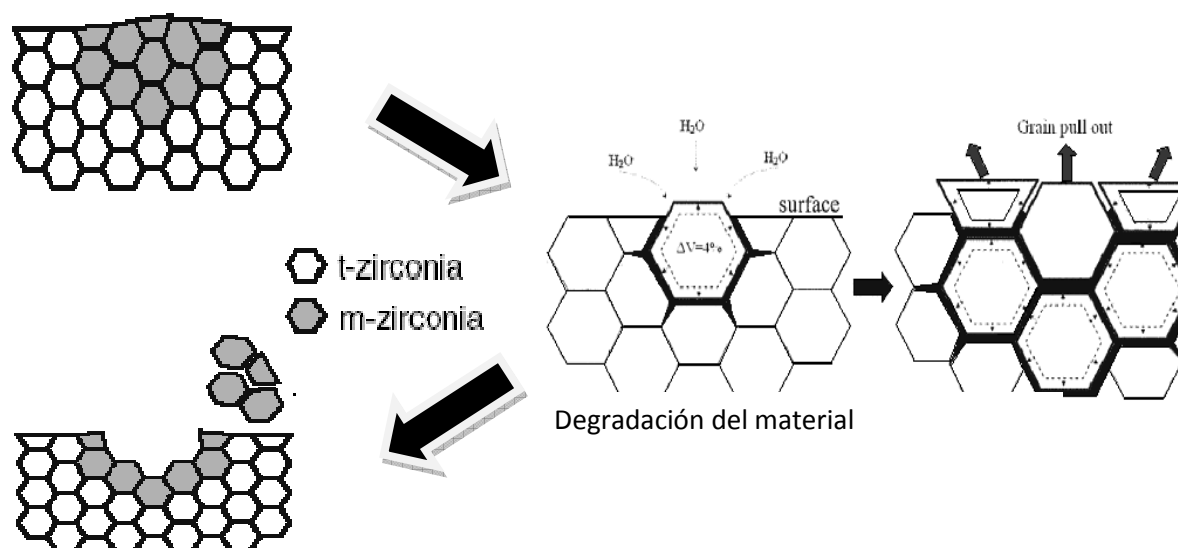


- (5) La reducción del tamaño de grano y/o el incremento de la concentración del óxido estabilizante reduce el grado de transformación.
- (6) La transformación t-m se ve favorecida en presencia de agua o vapor de agua.

El agua es reconocida para jugar un papel importante en la aceleración de este proceso, aunque su exacta naturaleza química sea todavía asunto de alguna controversia y aún totalmente no es explicado. Algunos autores [4] sugieren que moléculas de agua reaccionan con el  $Y_2O_3$ , que está en solución sólida dentro del Circona formando cristales de  $Y(OH)_3$  sobre las superficies de los granos tetragonales. Este efecto del agua provoca una disminución suficiente de la cantidad de Y que provoca la inestabilidad de la estructura y se transforma en monoclinica. Los campos de tensión compresivos producidos por la extensión de volumen asociada con esta transformación de fase son liberados mediante la formación de microgrietas, causando pérdida de la resistencia mecánica.

Otros autores [14] proponen una explicación diferente basada en la interacción del agua con la superficie Zr-O-Zr que conducen a la formación de ZrOH. Como los iones  $OH^-$  tienen un radio iónico más grande que  $O^{2-}$ , cuando estos ocupan las vacantes de O en el enrejado cristalino se inducen tensiones de superficie, que más tarde se auto liberan por la transformación martensitica y el crecimiento de microgrietas. Un punto común en los dos mecanismos es que en ellos se crea una situación de fuerte tensión compresiva sobre la malla antes de la aparición de microgrietas (período de incubación).

[3]



*Fig. 2.9: Mecanismo de degradación de la Circona*



## 2.3- Teoría del contacto Hertziano

### 2.3.1-Fundamentos de la mecánica de contacto Hertziano

Una de las metodologías más extendidas para el estudio de la mecánica de contacto es la indentación de los materiales con esferas tipo Brinell, conocida como indentación Hertziana. En contraste con la indentación puntiaguda tipo Vickers o Knoop, dónde existe deformación plástica desde el primer contacto debido a la singularidad de la punta del indentador, la indentación Hertziana proporciona un contacto puramente elástico hasta una carga crítica, permitiendo llegar condiciones de fractura sin apenas deformación.

De este modo, estos ensayos pueden ser utilizados para estudiar las propiedades elásticas de los materiales involucrados en el contacto. Además, los ensayos de Hertz permiten simular cualquier tipo de contacto real seleccionando adecuadamente el radio del impresor y la carga aplicada al objeto de ejercer una determinada presión de contacto.

Son numerosas las ventajas inherentes al contacto Hertziano como herramienta para la caracterización mecánica de materiales de diferente naturaleza. La simplicidad experimental y el pequeño volumen de muestra requerido para un ensayo, son características comunes a todos los métodos de caracterización por contacto ó indentación.

Algunas veces, la indentación es la única manera práctica de obtener información sobre los modos de daño y sus mecanismos en muchos materiales, especialmente en los cerámicos.

El contacto Hertziano tiene como ventaja la de permitir la observación de la evolución de los modos de daño a través de una transición progresiva desde la elasticidad inicial hasta desarrollar totalmente la plasticidad. Esto no es posible con el contacto puntiagudo ya que, debido a la elevada concentración de tensiones alrededor de la punta, se produce la deformación plástica desde el inicio del contacto.

Además, el campo de tensiones Hertziano en el régimen elástico, aunque complejo, se encuentra bien definido hasta el momento de la fractura.



Además de permitir la determinación de propiedades mecánicas intrínsecas de materiales cerámicos, la selección adecuada de las condiciones de los ensayos de contacto Hertziano puede también simular las sollicitaciones mecánicas reales de estos materiales en las aplicaciones que se quieren estudiar.

En las últimas dos décadas, la indentación ó contacto Hertziano se ha extendido al estudio de cerámicos heterogéneos, un ejemplo de esto son los materiales que presentan comportamiento de curva R. En estos materiales, a diferencia de los sólidos frágiles tradicionalmente estudiados, se ha observado la inhibición de la fractura típica Hertziana presentándose en su lugar una zona deformada “cuasi-plástica” en la región donde se combinan elevadas tensiones de cizalladura y compresión debajo de la zona de contacto.

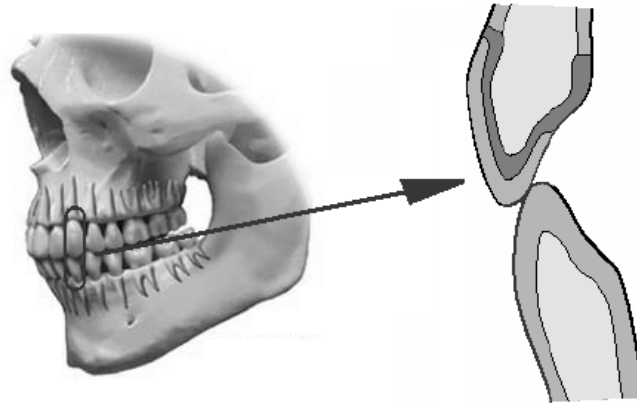
Esta deformación es macroscópicamente similar a la deformación plástica que se produce en los metales, pero microscópicamente, consiste en una red de fisuras “cerradas” en modo II denominadas “defectos de cizalladura” que se generan en las intercaras más débiles de la microestructura

A pesar de que el estado de tensiones inducidos en los sistemas protésicos puede ser muy complejo, la sollicitación más frecuente y más severa implica fuerzas concentradas (P) a partir de radios de contacto característicos (r) (*ver figura 2.10*) ( $P \approx 100 \text{ N}$ ,  $r \approx 1\text{-}10 \text{ mm}$ ) y soporte del peso del cuerpo ( $P \approx 6000 \text{ N}$ ,  $r \approx 30 \text{ mm}$ ) [15].

Es así como varios autores han utilizado satisfactoriamente el contacto Hertziano para simular los elementos biomecánicos básicos de la función masticatoria al igual que los de la función de la cadera [16].

A esta ventaja del contacto Hertziano para simular algunas condiciones biomecánicas, se debe sumar el hecho de que también es una metodología especialmente adecuada para caracterizar el comportamiento de evolución del daño del material estudiado.



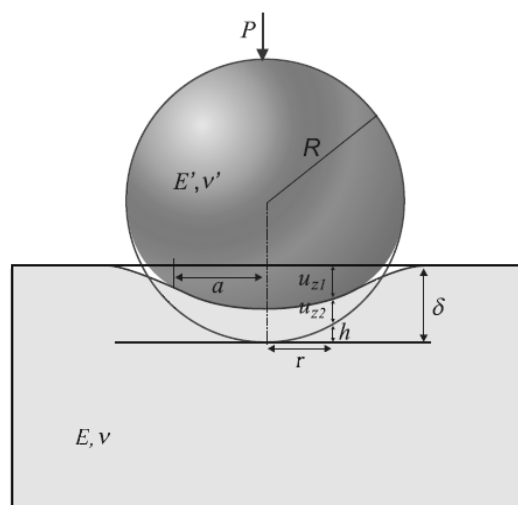


**Fig. 2.10:** Representación esquemática del contacto entre piezas dentales [15]

Poder estudiar la evolución del daño en los implantes y prótesis es una ventaja fundamental, ya que el diseño de estos biomateriales se hace a partir de la filosofía de prevención de daño, a diferencia de los grandes componentes estructurales, los cuales se diseñan con la filosofía de tolerancia al daño. El criterio de diseño más conservativo es el más adecuado para este tipo de biomateriales ya que, in vivo, deberán soportar incrementos súbitos de carga de tipo monotónico, estático y cíclico, y el inicio de cualquier daño puede ser catastrófico para la función del componente, especialmente bajo cargas cíclicas [17].

### 2.3.2- Contacto normal entre sólidos elásticos

El problema del contacto elástico entre dos cuerpos supone que no existe fricción y que la carga aplicada es normal a las dos superficies y, por tanto, no existe deslizamiento relativo entre ellas.



**Fig.2.11:** Representación geométrica del contacto hertziano





Considérese el contacto entre un sólido plano ( $R_a \rightarrow \infty$ ), de módulo elástico  $E$  y coeficiente de Poisson  $\nu$ , y otro esférico de radio  $R$ , y constantes elásticas  $E$  y  $\nu$ , sobre el que se aplica una fuerza  $P$  (figura 2.11).

Para el cálculo de las deformaciones locales Hertz consideró que los dos cuerpos podían tratarse como sólidos elásticos semi-infinitos sometidos a presiones distribuidas sobre la superficie circular de contacto. Para que esta simplificación pueda aceptarse, se deben cumplir las siguientes condiciones:

1. El área de contacto debe ser pequeña en comparación con las dimensiones de ambos cuerpos, para ignorar los efectos debidos a las superficies libres.
2. El radio del área de contacto,  $a$ , debe ser considerablemente menor que el radio del indentador ( $R$ ). De este modo, se puede considerar que la superficie de contacto es plana y que las deformaciones son muy pequeñas, y exclusivamente elásticas.

Esta aproximación permite utilizar los métodos de resolución de problemas de contorno válidos para semiespacios elásticos.

Hertz comprobó que una distribución de presiones elíptica genera desplazamientos compatibles con la condición de suma de los desplazamientos que se generan en la indentación [18-19]. Esta distribución de presiones (Figura 2.12) puede expresarse matemáticamente en la forma:

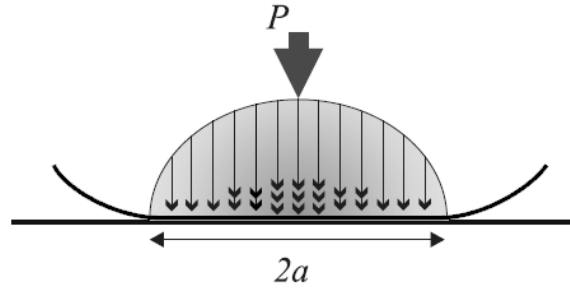
$$p(r) = \begin{cases} p_{\max} \sqrt{1 - \left(\frac{r}{a}\right)^2}, & \rightarrow r \leq a \\ 0, & \rightarrow r > a \end{cases} \quad (\text{Ec.1})$$

$$p(r) = \begin{cases} 0, & \rightarrow r > a \end{cases}$$

Conocida la distribución de presiones, los desplazamientos normales se calculan utilizando el principio de superposición y la solución de Boussines correspondiente a un semiespacio sometido a una carga puntual.

Donde  **$p_{\max}$**  es la presión máxima, localizada en el eje de carga, y  **$a$**  el radio del contacto.





**Fig.2.12:** Distribución de presiones en un contacto hertziano

Los desplazamientos  $u_{z1}$  y  $u_{z2}$  se relacionan con las constantes del material: módulo de Young y coeficiente de Poisson, permitiendo llegar a las expresiones del radio de contacto,  $a$ , y el desplazamiento  $\delta$ , en función de la carga aplicada:

$$\begin{cases} a = \left( \frac{3PR}{4E^*} \right)^{\frac{1}{3}} \\ \delta = \frac{a^2}{R} = \left( \frac{9P^2}{16RE^{*2}} \right)^{\frac{1}{3}} \end{cases} \quad (\text{Ec. 2})$$

Donde se ha definido como el modulo efectivo a  $E^*$  a partir de la ecuación

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu'^2}{E'}$$

Por otro lado, se obtiene que la presión media en la superficie de contacto, denominada  $p_0$ , definida por

$$p_0 = \frac{P}{\pi a^2} = \frac{2}{3} p_{\text{máx}} = \left( \frac{16PE^{*2}}{9\pi^3 R^2} \right)^{\frac{1}{3}} \quad (\text{Ec. 3})$$

Combinando la ecuación 3 con la expresión que define a, en la ecuación 2, obtenemos que:

$$p_0 = \left( \frac{4E^*}{3\pi} \right) \cdot \frac{a}{r} \quad (\text{Ec. 4})$$

o lo que es lo mismo y es su forma más habitual de expresarse:

$$p_0 = \left( \frac{3E}{4\pi k} \right) \cdot \frac{a}{r} \quad (\text{Ec. 5})$$

Donde



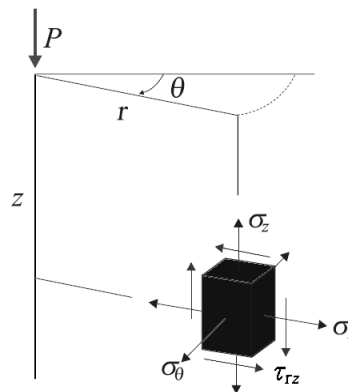
$$k = \frac{9E}{16E^*} = \frac{9}{16} \left[ (1-\nu^2) + (1-\nu'^2) \frac{E}{E'} \right] \quad (\text{Ec. 6})$$

La ecuación 5 es la ecuación fundamental de la teoría de Hertz, pues relaciona las tensiones y las deformaciones en el régimen elástico. En esencia, se trata de la expresión de la ley de Hooke para el contacto hertziano [19].

### 2.4.3- Campo de tensiones hertziano

El análisis de Hertz se centra exclusivamente en la distribución de presiones y desplazamientos en la zona de contacto, siendo Huber en 1904 quien determinó el campo de tensiones en cualquier punto del sólido semi-infinito.

Las expresiones para las componentes del campo de tensiones generado en el contacto elástico hertziano se encuentran recogidas en la literatura [20-22].



**Fig.2.13:** Componentes del tensor de tensiones en coordenadas cilíndricas

Huber considero un sistema de coordenadas cilíndricas ( $r, \theta, z$ ) con el eje  $z$  en la dirección del eje de carga (Figura 2.13), donde las componentes del campo de tensiones se pueden expresar de la forma:

$$\frac{\sigma_r}{p_0} = \frac{1}{2}(1-2\nu) \left( \frac{a}{r} \right)^2 \left[ 1 - \left( \frac{z}{\sqrt{u}} \right)^3 \right] + \frac{3}{2} \left( \frac{z}{\sqrt{u}} \right) \left[ \frac{(1-\nu)u}{a^2+u} + (1+\nu) \frac{\sqrt{u}}{a} \arctan g \frac{a}{\sqrt{u}} - 2 \right] \quad (\text{Ec.7})$$

$$\frac{\sigma_\theta}{p_0} = \frac{1}{2}(1-2\nu) \left( \frac{a}{r} \right)^2 \left[ 1 - \left( \frac{z}{\sqrt{u}} \right)^3 \right] + \frac{3}{2} \left( \frac{z}{\sqrt{u}} \right)^3 \frac{a^2 u}{u^2 + a^2 z^2} + \frac{3}{2} \left( \frac{z}{\sqrt{u}} \right) \left[ \frac{(1-\nu)u}{a^2+u} + (1+\nu) \frac{\sqrt{u}}{a} \arctan g \frac{a}{\sqrt{u}} + 2\nu \right]$$



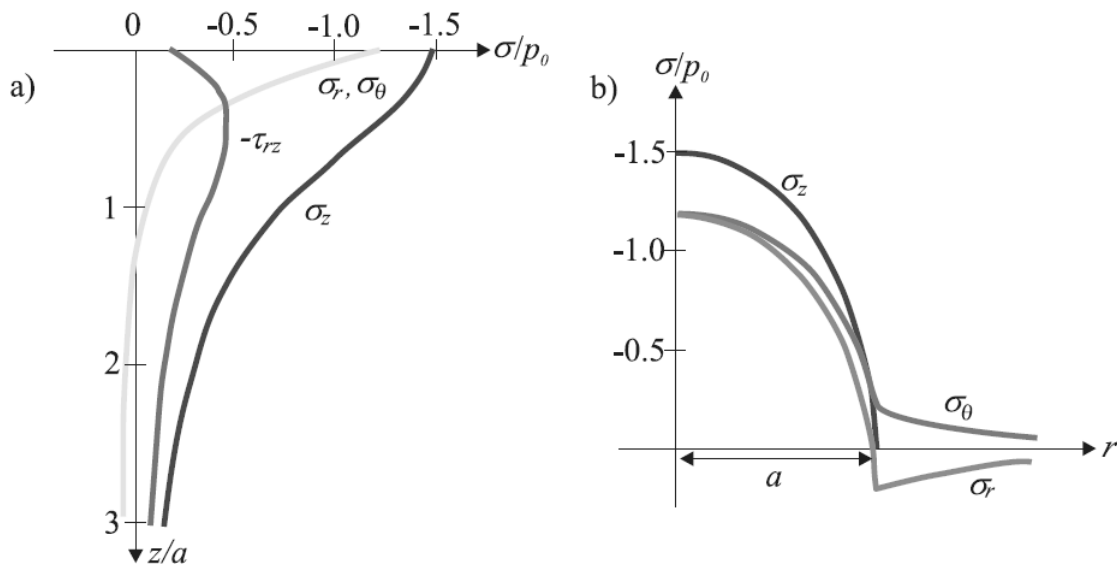
$$\frac{\sigma_z}{p_0} = \frac{3}{2} \left( \frac{z}{\sqrt{u}} \right)^3 \frac{a^2 u}{u^2 + a^2 z^2}$$

$$\frac{\tau_{rz}}{p_0} = \frac{3}{2} \left( \frac{rz^2}{u^2 + a^2 z^2} \right) \frac{a^2 \sqrt{u}}{a^2 + u}$$

$$\text{Donde } u = \frac{1}{2} \left[ (r^2 + z^2 - a^2) + \sqrt{(r^2 + z^2 - a^2)^2 + 4a^2 z^2} \right]$$

Todas las tensiones están referidas a escala con la presión media de contacto,  **$p_0$** .

En la figura 2.14 se muestra la distribución de tensiones a lo largo del eje de carga y en la superficie del un sólido elástico.



**Fig.2.14:** Distribución de tensiones en un contacto hertziano en unidades de  $p_0$ :

a) en el eje de carga y b) en la superficie. [23]

Utilizando las ecuaciones reflejadas en 7 y resolviendo los problemas de los autovalores definió las expresiones que permiten calcular las tensiones principales como se muestra en las ecuaciones siguientes:

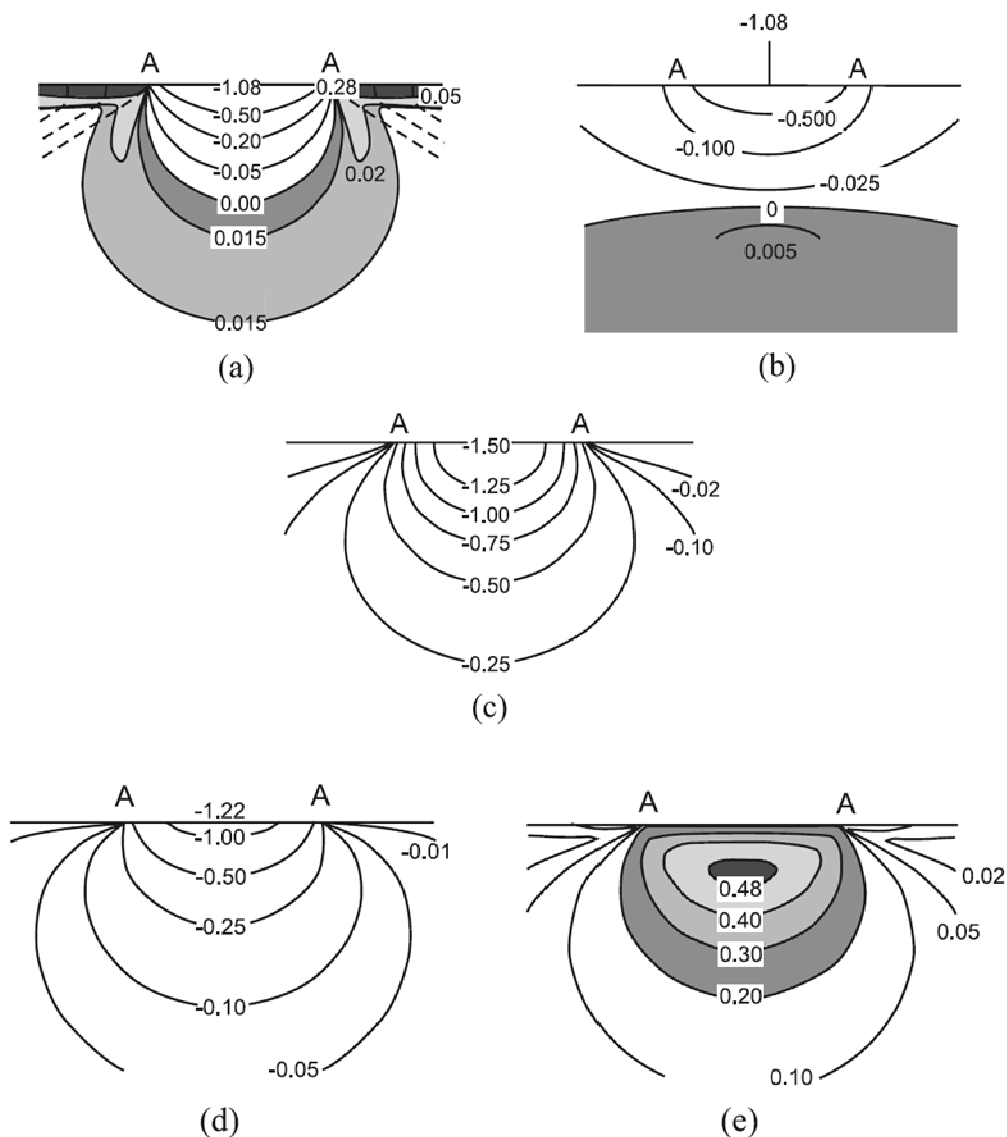
$$\sigma_1 = \frac{1}{2}(\sigma_r + \sigma_z) + \left\{ \left[ \frac{1}{2}(\sigma_r + \sigma_z) \right]^2 + \tau_{rz}^2 \right\}^{1/2} \quad (\text{Ec.8})$$

$$\sigma_2 = \sigma_\phi$$



$$\sigma_1 = \frac{1}{2}(\sigma_r + \sigma_z) - \left\{ \left[ \frac{1}{2}(\sigma_r + \sigma_z) \right]^2 + \tau_{rz}^2 \right\}^{1/2}$$

De este análisis es posible verificar que  $\sigma_1 \geq \sigma_2 \geq \sigma_3$  en todas partes, salvo en una pequeña región cercana a la superficie,  $\tau_{13} = \frac{\sigma_1 - \sigma_3}{2}$  justo por debajo del círculo de contacto ( $0.97a \leq r \leq a$ ), donde  $\sigma_3 > \sigma_2$  [24]. También se verifica que en el eje de carga  $\sigma_1 = \sigma_2 = \sigma_\theta = \sigma_r$  (Figura 2.15a), mientras que la tensión tangencial máxima viene dada por  $\tau_{rz}$  en el eje de carga.



**Fig.2.15:** Tensiones principales del campo hertziano en unidades de  $p_0$  para  $\nu = 0.22$ :

a) tensión principal máxima,  $\sigma_1$ , b) tensión principal  $\sigma_2$ , c) tensión principal mínima,  $\sigma_3$ , d) tensión hidrostática,  $(\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3)/3$  y e) tensión máxima de cizalladura,  $\tau_{13}$ . Los límites del área de contacto se han indicado con una A. [25, 26]



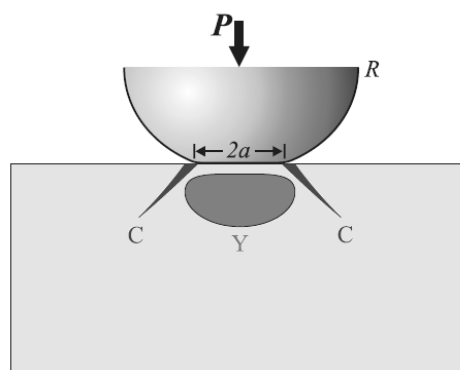
En la Figura 2.15 se muestran contornos de algunas de las tensiones principales; se han coloreado las regiones sometidas a tensiones de tracción y de cizalladura, que son las causantes de los procesos inelásticos que sufre un material real, ya sea fractura o deformación plástica.

Se aprecia también que el campo hertziano tiene una importante componente hidrostática, así como fuertes tensiones de cizalladura en una región sub-superficial por debajo del área de contacto. Por el contrario, las tensiones de tracción son relativamente pequeñas y están localizadas en una pequeña región superficial, situada justo en el exterior del círculo de contacto.

#### 2.4.4- Mecanismos de daño por contacto hertziano

Las tensiones generadas mediante los ensayos de indentación se concentran en pequeñas regiones y pueden ser suficientemente elevadas para provocar procesos irreversibles (deformación permanente o fractura) a cargas relativamente bajas. En materiales monolíticos sometidos a ensayos de Hertz se han identificado dos modos de daño básicos (*ver figura 2.16*)

1. Para materiales con tenacidad muy baja, aparece una grieta cerca del radio de contacto, que adopta forma de cono al profundizar en el material. Este es un daño “clásico”, que reportó Hertz en 1882.
2. Para materiales cerámicos con tenacidad elevada aparece daño “casi-plástico”, debido al crecimiento y coalescencia de microgrietas situadas bajo el indentador por tensiones de cizalladura [27].



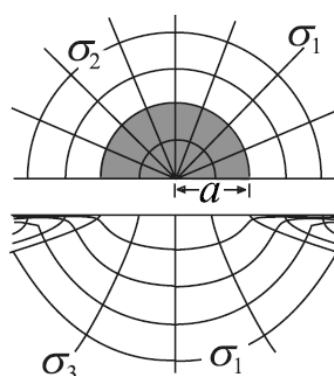
**Fig.2.16:** Modos de daño que pueden generarse en materiales monolíticos bajo contacto hertziano: modo frágil, fisura cónica (C); modo dúctil, deformación irreversible (Y).



La aparición de fisuras cónicas en materiales frágiles, debido a contactos cilíndricos, es un fenómeno bien conocido. Estas fisuras tienen su origen en las tensiones de tracción que se desarrollan durante el contacto en la superficie del material, justo en la región exterior y próxima al círculo de contacto.

La tensión responsable es la tensión principal máxima  $\sigma_1$ , que en la superficie tiene dirección radial (*Figura 2.17*). El máximo valor de la tensión  $\sigma_1$  se alcanza justo en el límite del círculo de contacto y resulta igual a:

$$\sigma_{m\acute{a}x} = \frac{1}{2}(1 - 2\nu)p_0 \quad (\text{Ec. 9})$$



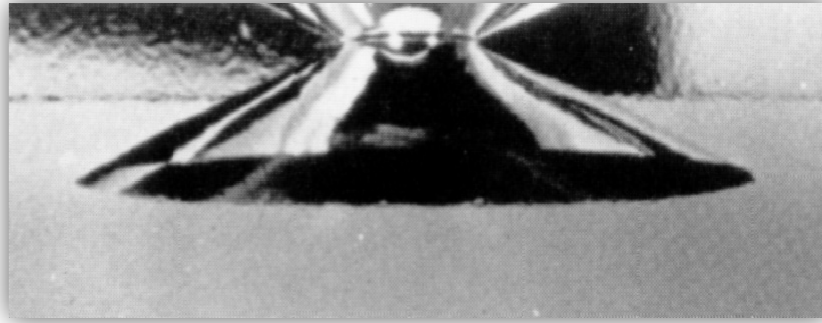
**Fig.2.17:** Trayectorias de las tensiones principales generadas mediante contacto hertziano en la superficie (arriba) y en la sección transversal (abajo). La región coloreada representa la superficie de contacto.

El material sufre un campo de tensiones no uniforme bajo la superficie de contacto. A partir de algún defecto preexistente en esta región se inicia una fisura que crece en superficie hasta cerrarse formando un anillo en torno al contacto.

Posteriormente esta fisura anillo se propaga hacia el interior del material, siguiendo aproximadamente la trayectoria de la tensión  $\sigma_3$ , dando lugar a la típica fisura cónica característica de materiales frágiles y homogéneos, como el vidrio común (*ver figura 2.18*).

La fractura se propaga ortogonalmente según la tensión principal mínima. Al principio, la grieta empieza perpendicularmente a la superficie, luego se aleja del eje de simetría según un ángulo constante (formación de un cono). La trayectoria de la grieta se hace de manera que la energía liberada sea máxima.





**Fig. 2.18:** Fotografía de una fisura cónica en vidrio originada por un indentador cilíndrico.

Debido a que la tensión  $\sigma_1$  decrece muy rápidamente con la distancia a la región de contacto, la fisura se detiene tras alcanzar una cierta longitud, por lo que las fisuras cónicas constituyen un ejemplo típico de fisura estable.

Este hecho permite determinar la tenacidad del material a partir de medidas de la longitud de fisuras cónicas para diferentes cargas.

Roesler [28], usando el concepto de equilibrio de energías y los datos de Tillet [29], estableció la relación ahora muy conocida:

$$\frac{P}{R^{3/2}} = \text{Constante} \quad (\text{Ec.10})$$

Las grietas como disminuyen mucho la resistencia de las cerámicas y así comprometen la estructura en su integridad del componente cerámico. Por lo que es común la utilización de tensiones residuales de compresión en la superficie, como se hace comúnmente con el vidrio templado, para evitar el surgimiento de las mismas.

#### 2.4.5-Carga crítica para el inicio de fisuras cónicas

Los estudios relativos al inicio de fisuras cónicas en materiales monolíticos bajo contacto hertziano se remontan a 1891, cuando Auerbach estableció su famosa ley empírica que relaciona la carga crítica para el inicio de fisuras cónicas,  $P_c$ , con el radio de la esfera utilizada  $R$

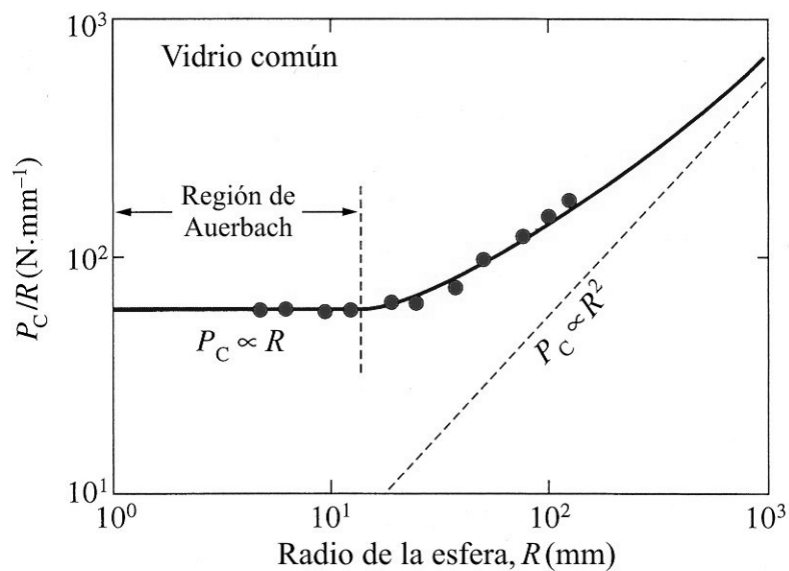




Los límites de validez de esta ley fueron establecidos por Tillet, quien mostró la existencia de dos regiones (*Figura 2.19*): la región de Auerbach correspondiente a valores de  $R$  pequeños, donde  $P_C \propto R$  y una segunda región, correspondiente a valores elevados de  $R$ , en la que la curva se desvía de esa dependencia, tendiendo asintóticamente a  $P_C \propto R^2$

Estos resultados constituyen una paradoja de la mecánica de la fractura. Efectivamente, si se admite que la fisura se inicia cuando la tensión de tracción máxima es igual a la resistencia a fractura del material ( $\sigma_{\max} = \sigma_F$ ), podemos decir que:

$$P_C = \frac{9}{128} \cdot \frac{[\pi(1-2\nu)\sigma_F]^3}{E^{*2}} R^2 \Rightarrow P_C \propto R^2 \quad (\text{Ec.11})$$



**Fig. 2.19:** Cargas críticas experimentales para el inicio de fisuras cónicas en función del radio del impresor. Se muestra  $P_C/R$  en función de  $R$  para el vidrio pulido.[30]

Sin embargo, de acuerdo con los resultados experimentales, esta dependencia sólo se verifica para  $R \rightarrow \infty$

De hecho las cargas críticas estimadas mediante esta expresión son muy inferiores a los valores experimentales.

La explicación de esta paradoja ha sido motivo de controversia durante años [30]. Algunos autores proponían una explicación basada en la distribución estadística de los defectos precursores en la superficie del material. Efectivamente, las tensiones de tracción en la superficie superior del material se localizan en una región anular cuya área disminuye con  $R$  o, más concretamente, con el radio de contacto.



Al disminuir el tamaño de la región sometida a tracción disminuye la probabilidad de encontrar en su interior defectos precursores de cierto tamaño. Ello implicaría que las fisuras se desarrollarían a partir de defectos de menor tamaño y, por tanto, la tensión crítica sería más elevada.

En consecuencia, la carga crítica para el inicio de fisuras cónicas aumenta al disminuir el radio de la esfera. Sin embargo, esta explicación no es satisfactoria ya que experimentalmente se ha puesto de manifiesto la insensibilidad de  $P_C$  respecto al tamaño de los defectos precursores en la región de Auerbach.

En 1967 Frank y Lawn se propusieron derivar la ley de Auerbach a partir de primeros principios haciendo uso de la mecánica de fractura de Griffith - Irwin. Según estos autores, para valores pequeños de  $R$  la tensión de tracción disminuye dramáticamente conforme aumenta la profundidad.

Esto implica que la aparición (pop-in) de la fisura cónica que viene precedida de un complejo proceso de crecimiento estable hasta un cierto tamaño crítico,  $c^*$ , lo que justificaría la independencia de  $P_C$  respecto al tamaño de los defectos precursores.

La condición crítica de inicio es que el factor de intensidad de tensiones,  $K(c)$ , sea igual a la tenacidad del material,  $T$ , supuesta ésta constante ( $K(c) = T$ ) y que  $dK/dc \geq 0$

Utilizando este criterio de Griffith-Irwin se obtiene: [30]

$$P_C = \Theta \frac{T_2}{E^*} R \quad (\text{Ec. 12})$$

No es más que una expresión de la ley de Auerbach, donde  $\Theta = \Theta(v)$  es un parámetro adimensional que puede ser determinado experimentalmente. Para los radios de indentación utilizados habitualmente en ensayos Hertz se verifica que  $P_C \propto R$  (región de Auerbach), lo cual justifica que en adelante se utilice la expresión (Ec. 12) para evaluar las cargas críticas de inicio de fisuras cónicas.

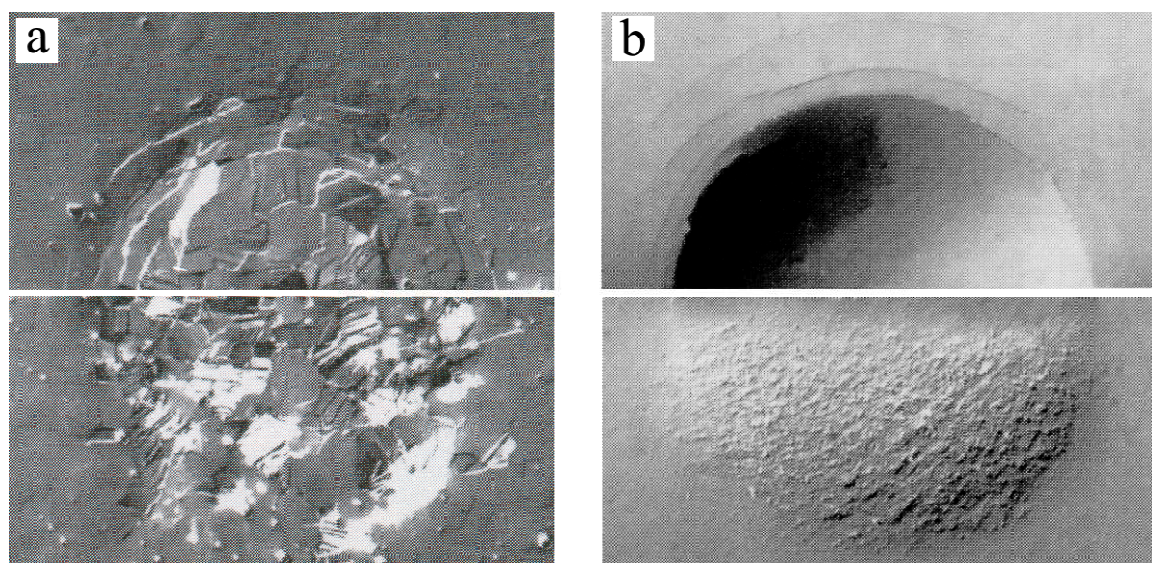
Cuando la fuerza aplicada tiene componente tangencial las cargas críticas se reducen considerablemente, debido al ya mencionado aumento de las tensiones en superficie.



La aparición de fisuras cónicas en materiales frágiles rara vez conduce al fallo definitivo del material debido a su gran estabilidad. Sin embargo, provoca fenómenos de fatiga en el material, especialmente bajo contactos cíclicos y en ambientes húmedos o agresivos, debido a procesos de crecimiento lento de fisuras [31]. En condiciones extremas la acumulación de este tipo de fisuras puede provocar el “pull out” (desconche) del material en la superficie [30].

Algunos de los materiales frágiles, presentan un comportamiento macroscópicamente análogo al descrito anteriormente, que puede calificarse de cuasi-dúctil [27]. Efectivamente, cuando la microestructura del material es inhomogénea y con fronteras de grano débiles [27,32], las fisuras anillo se deflecan a lo largo de las interfaces débiles, alejándose de las regiones sometidas a tensiones de tracción. Ello impide su desarrollo hacia la configuración de fisura cónica.

Simultáneamente, en estos materiales las tensiones de cizalladura generan una zona de deformación cuasi-plástica bajo el contacto (*Figura 2.20, correspondiente a un material que presenta este tipo de comportamiento*), se observan las regiones deformadas plásticamente y también, aunque débilmente, las fisuras anillo.



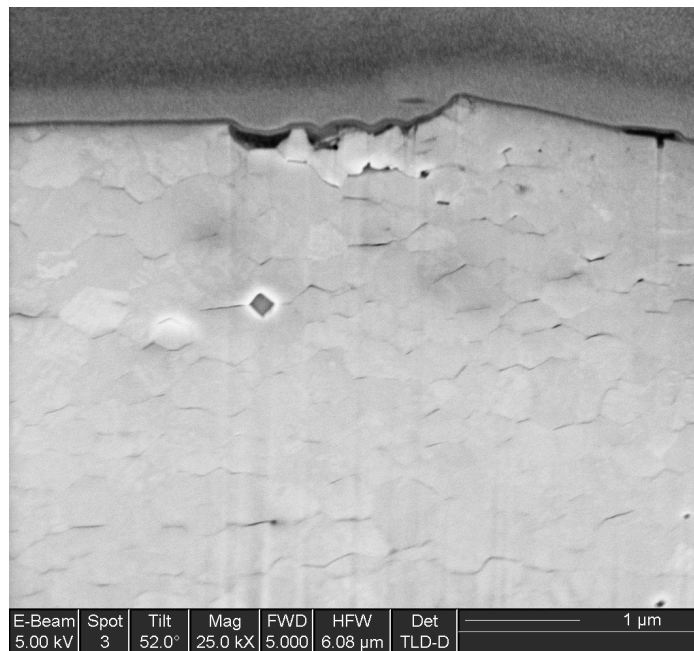
**Fig.2.20:** Ejemplos de deformación cuasi-plástica producida por contacto hertziano en:  
a) alúmina y b) nitruro de silicio con tamaños de grano grandes. Vistas superficiales (arriba) y secciones (abajo).

A pesar de la semejanza aparente entre este tipo de daño y la deformación plástica de materiales dúctiles, su origen es completamente diferente. La deformación cuasi-plástica se produce por defectos de deslizamiento o fallas de cizalladura



microscópicas generadas en las interfaces débiles [32]. En algunos materiales, como la alúmina, la deformación cuasi-plástica está favorecida por procesos de maclaje en el interior de los granos, como se aprecia claramente en la Figura 2.15a. En la zircona, el mecanismo de transformación tenaz inhibe la formación de fisuras cónicas, favoreciendo la aparición de daño cuasi-dúctil.

Los defectos de deslizamiento se encuentran distribuidos de forma discreta y confinada por la estructura de granos (figura 2.21). Este confinamiento tiene dos consecuencias importantes. Por un lado, explica el papel determinante que juega la microestructura en la evolución del daño en materiales cerámicos bajo tensiones de contacto. Así, al aumentar el tamaño medio de grano tiene lugar una transición frágil-dúctil en la respuesta de un determinado material [24].



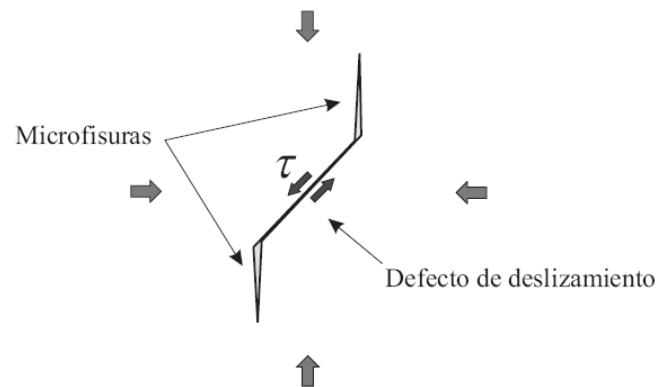
**Fig. 2.21:** Microagrietamiento de la zona deformada plásticamente en Y-TZP. Análisis por FIB de probetas 3Y-TZP. Cortesía del Dr. Fernando García Marro.

Por otro lado, el confinamiento de los defectos de deslizamiento en la microestructura impide su crecimiento. Por ello, el único modo de relajar incrementos posteriores en la tensión es la generación de microfisuras en los extremos de los defectos, como se esquematiza en la figura 2.16.

Estas microfisuras degradan la resistencia a la fractura del material. Además, cuando se acumulan en una región pueden llegar a coalescer formando fisuras macroscópicas que crecen en dirección radial y pueden conducir al fallo definitivo del



material. Esta degradación mecánica a nivel microestructural aumenta bajo contactos cíclicos, por lo que estos materiales son muy susceptibles a la fatiga mecánica.



**Fig. 2.22:** Esquema de un defecto de deslizamiento con microfisuras asociadas. [30]

Por último, se debe mencionar que la superposición de cargas tangenciales en el contacto incrementa las tensiones de cizalladura en la región frontal, modificando ligeramente la forma de la región deformada.





### 3- Procedimientos experimental

Como ya se ha mencionado, el objetivo principal de este trabajo es estudiar los modos de daño que se generan en sobre circonia sometidas a tensiones de contacto. Para ello, se han realizado un ensayo mecánico principal que es la indentación de Hertz. En este capítulo se describen tanto los materiales como los procedimientos experimentales que se han utilizado para la realización del estudio. En primer lugar, se especifican el proceso de fabricación de las muestras.

Seguidamente, se describen los ensayos mecánicos realizados, indicando tanto los equipos como las condiciones particulares de ensayo y finalmente, se detalla el análisis del daño generado por indentación Hertziana.

#### 3.1- Preparación de material

La elección de estos materiales obedece a la motivación que el potencial de las Y-TZP para aplicaciones biomédicas y más especialmente aplicaciones dentales es muy importante. La circonia es un material que tiene muchas propiedades mecánicas interesantes como lo son su dureza, su módulo elástico y su bajo coeficiente de fricción.

Estas propiedades hacen de éste un material atractivo, ya que tiene una tenacidad más alta que la mayoría de materiales cerámicos. Otras propiedades interesantes son su gran estabilidad química, la resistencia a altas temperaturas, su resistencia a la abrasión y su biocompatibilidad. (cf. Introducción)

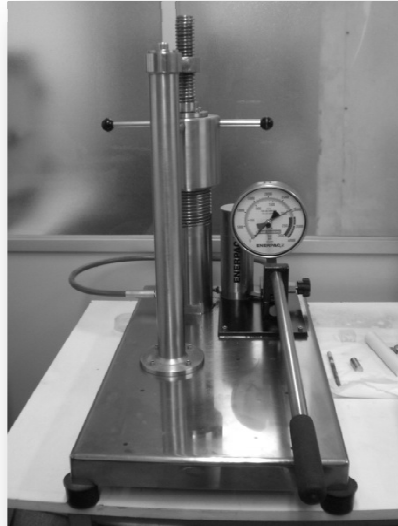
##### 3.1.1- Fabricación de las muestras

El material de partida con un contenido de 3 mol% de itria ( $Y_2O_3$ ) como estabilizador suministrado por la empresa japonesa TOSOH, con un tamaño de partículas de aproximado de 300 nm.

Este polvo es compactado previamente para producir una barra de material que se conoce comúnmente como subproducto verde. Esta etapa resulta crucial en el proceso de fabricación del material pues de ella depende en gran medida la porosidad (densidad) final del material.



Para la compactación colocamos 40 g de polvo 3Y-TZP en un molde de polímero que ponemos en un baño de ultrasónico para homogeneizar la distribución del polvo dentro del mismo. Después se coloca el molde en un maquina de prensado isostático de aceite con el fin de aplicar una presión homogénea en todas las direcciones de compresión.



**Fig. 3.1:** Prensa

En el prensado se compacta el material a una presión de 2500 bares durante 7 minutos, tomando muy en consideración que la liberación de la presión en la etapa final del proceso debe realizarse de la forma más homogénea y lenta posible para evitar un cambio brusco de presión, ya que esto podría ocasionar el surgimiento de grietas en la barra compactada. Una vez obtenido la barra de material en su forma primaria (verde), se procede al proceso de sinterización

Las propiedades de una cerámica sinterizada están muy vinculadas a los defectos microscópicos como los poros (sinterización incompleta), aglomerados (debidos a la materia prima o al método de puesta en forma) o impurezas químicas (de las materias primas o debidas a los métodos de elaboración). El objetivo es de obtener el material el más homogéneo.

La sinterización permite transformar el polvo (cuerpo verde) en una masa sólida y coherente por el efecto de la temperatura. Durante la sinterización se forman conexiones químicas entre las partículas, y se rellenan los vacíos o poros preexistentes entre las partículas. Las temperaturas aplicadas son normalmente inferiores a la temperatura de fusión del constituyente principal. Por lo general estos materiales se

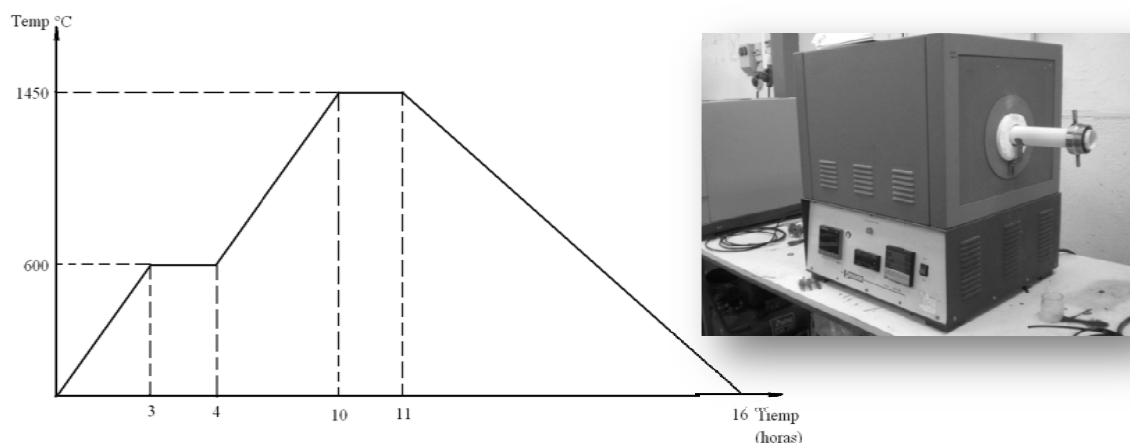




suministran con un componente aglutinante que forma una fase líquida y permite la difusión del material acelerando el proceso de sinterización.

La sinterización natural es un tipo de sinterización donde ninguna fuerza externa se aplica. La ventaja es la simplicidad de uso. El inconveniente es que requiere temperaturas elevadas que puedan implicar un crecimiento granular importante que puede a su vez impedir la eliminación total de la porosidad.

La rampa de sinterización que se utilizó viene expresada en la figura 3.2, tomando una duración total de 16 horas por cada sinterizado. Destacar que la velocidad de calentamiento y de enfriamiento se programa a valores y que no es posible sinterizar más de dos barras por proceso debido a las características del horno utilizado. (Fig. 3.2)



**Fig.3.2:** Rampa de sinterización y Horno Obersal ST-18

### 3.1.2- Corte y pulido

Una vez preparadas las barras de material sinterizado se procede al corte de la barra en muestras cilíndricas de 2.2 mm de espesor para la preparación de las probetas de ensayo. Este proceso se realiza de forma automática en una cortadora Struers (figura 3.3) Accutom-50 utilizando un disco de cobre recubierto con diamante, a una velocidad de 4000 rpm y con un avance inferior a 0.1 mm para disminuir la generación de tensiones de maquinado en el material. Para la preservación de la herramienta de corte se debe mantener en todo momento del corte la refrigeración sobre la zona de maquinado.



Una vez obtenidas las rodajas de material se procede a la preparación para el proceso de pulido. Con el objetivo de garantizar el paralelismo entre ambas caras de la probeta se procede a realizar un pulido secuencial grueso por ambas caras.



**Fig.3.3:** Cortadora automática Struers Accutom-50

O sea primero se pega la probeta en una base de resina y se pule una cara con carburo de silicio de 1200. Posteriormente después de haber garantizado un plano de pulido perfecto en esta cara, se despegla la muestra de la resina y se le da la vuelta para pulir la otra cara, logrando establecer paralelismo entre las dos caras.

Las rodajas fueron desbastadas automáticamente utilizando discos de carburo de silicio de tamaños de grano 1200 y 600 progresivamente. Seguidamente se procedió a un pulido automático con pasta de diamante de tamaños de partícula de 30  $\mu\text{m}$ , 6  $\mu\text{m}$  y 1  $\mu\text{m}$  progresivamente. Después se pulen las muestras con sílica coloidal durante unas dos horas y finalmente se limpian con un pulido con agua sobre paño de fieltro suave.

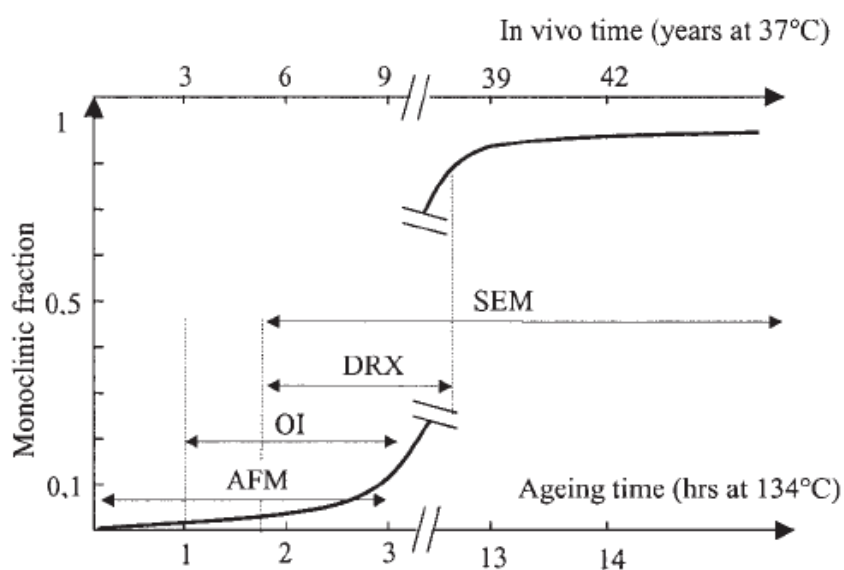


**Fig. 3.4:** Pulidora automática modelo Buehler Ecomet 4



### 3.1.3- Degradación

Estudios realizados [33] muestran que la esterilización por vapor de agua causa la transformación de la fase tetragonal en monoclinica en la Y-TZP y su consecuente degradación. Según el Profesor Chevalier [34] cada hora de esterilización en autoclave en condiciones de temperatura de 131 °C a la presión de 2 bares equivale a 3 años de degradación in vivo (figura 3.5). Por esta razón se decide utilizar el autoclave a diferentes tiempos para simular la degradación hidrotérmica que sufrirían los implantes durante su vida en servicio.



**Fig. 3.5:** Equivalencia entre los tiempos de degradación experimental (autoclave) y los tiempos de permanencia del material dentro del cuerpo humano [35]

Para determinar cómo la degradación hidrotérmica afecta a las propiedades mecánicas de la circona estabilizada con itria se degradaron probetas a diferentes tiempos a 134 °C y una presión de 2 bares. Los tiempos de degradación en autoclave escogidos fueron: 5, 10, 30, y 60 h.



### 3.2- Análisis de la densidad

Puesto que las propiedades mecánicas de las cerámicas sinterizadas están determinadas en gran medida por la densidad del material se establece como norma medir la densidad de cada barra de material procesado para comprobar la calidad de nuestro material y tener una noción de cómo se comporta la porosidad del mismo. Para esto se utiliza en método de Arquímedes en una balanza Dualrange XS205.

El proceso de medición de la densidad es bastante fácil pues se trata de un cuerpo sólido insoluble e impermeable. Primeramente se calibra la balanza colocando un recipiente con agua sobre la balanza electrónica.

Después se calibra el sistema nuevamente pues se agrega un soporte de medición donde se colocaran las muestras. Finalmente se deposita el material sobre el soporte de base y se mide directamente la densidad por diferencia de peso entre cuando el soporte estaba descargado y cuando se carga con el peso de nuestras muestras.

La densidad teórica de nuestro material reportada por diversos autores acota valores promedio de 6,10 g.cm. Los valores obtenidos para nuestras muestras están reflejados en la tabla. Siempre se obtuvieron densidades por encima del 95%.

	Barra 1	Barra 2	Barra 1*	Barra 2*	Barra 3*
Densidad	6,057	6,062	6,045	6,054	6,059
	6,03	6,014			
%	99,3	99,38	99,10	99,25	99,33
	98,85	98,59			

### 3.3- Ensayos de Indentación

Los ensayos de indentación Hertz consisten en la aplicación de una cierta carga **P** sobre la superficie del material objeto de estudio, utilizando para ello esferas de un material rígido. Estos ensayos han sido tradicionalmente utilizados para investigar la deformación plástica de materiales dúctiles, como los metales. Más recientemente, su utilización se ha extendido a los materiales duros y frágiles. Así, para la caracterización mecánica de nuestras muestras de circonia se han realizado principalmente ensayos de indentación Hertz. A continuación se describen detalladamente estos ensayos, así como las condiciones utilizadas en cada caso.



En este trabajo se han realizado numerosos ensayos de indentación y se han utilizado diferentes impresores esféricos de WC-Ni ( $E = 600 \text{ GPa}$ ) de radios  $R = 1, 2.5$  y  $5 \text{ mm}$ . Los ensayos se han realizado en una máquina Instron Modelo 8511, que permite configurar y regular todos los datos relativos al ensayo (tiempo, velocidad de aplicación de carga y descarga...)



**Fig. 3.7:** Máquina de indentación Frank tipo 532 y Instron Modelo 8511

Todos los ensayos se realizaron a temperatura y humedad ambiente, en el rango de cargas  $600\text{-}3000 \text{ N}$  y a velocidades de carga y descarga de  $20 \text{ N/s}$  con tiempos de permanencia de aplicación de la carga de 20 segundos siguiendo una rampa trapezoidal. Con el objetivo de evitar errores de posicionamiento y disminuir el error experimental de los ensayos se realiza inicialmente una precarga de  $50 \text{ N}$ . Esto tiene como objetivo asentar bien la muestra sobre el soporte y que no ocurran microdesplazamientos cuando se pague la carga real del ensayo.

Después de cada indentación, el indentador fue examinado para determinar si había sufrido daño plástico de esta forma evitamos sumar deformaciones, y logramos reproducir el ensayo tomando solo en consideración los valores iniciales de radio de bola del indentador. Pues si el indentador sufriese alguna deformación se considera como un error que influye en la huella residual que se obtiene. Después de cada indentación se gira el indentador, o se cambia en caso de necesidad. El radio medido de contacto, la tensión y la deformación de indentación son determinados mediante las



fórmulas descritas en 2.4.2, usando  $P_0$  y  $\epsilon$  iguales a  $P/\pi a^2$  y  $a/R$  respectivamente, donde  $R$  es el radio de la esfera del indentador.

### 3.4- Análisis del daño generado por indentación Hertziana

Con el fin de determinar en las huellas residuales producto de las indentaciones las zonas de contacto quasi-plástico, o la aparición de daño, observamos las muestras utilizando un microscopio óptico.



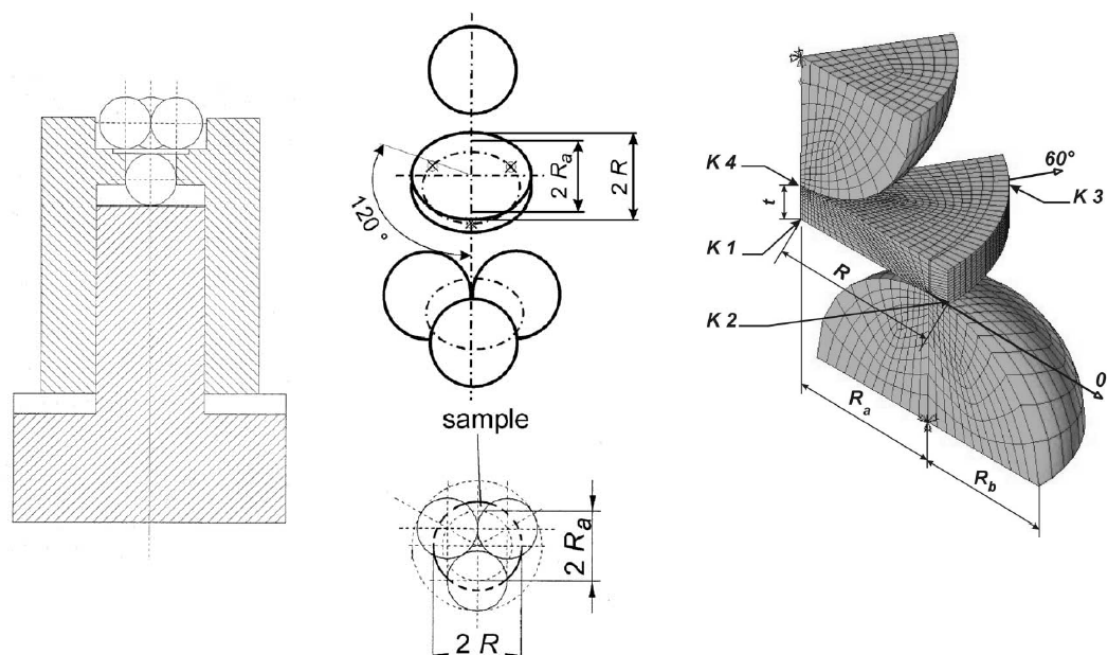
**Fig. 3.8:** Microscopio óptico Modelo Olympus BX41M

Aquí se hace necesario destacar que para observar las huellas de indentación por microscopía óptica se debe tomar especial cuidado con los sistemas de iluminación de las muestras pues la circona refleja en gran medida la luz recibida debido a sus propiedades ópticas. Por lo general se deben realizar las mediciones conjugando intensidades luminosas con los filtros de luz.



### 3.5 - Análisis de la resistencia del material (B3B)

Para analizar los valores de resistencia del material se utilizó en ensayo de flexión biaxial conocido comúnmente como Ball on three Ball, ver figura 1.



**Fig. 3.9:** Configuración del ensayo de flexión B3B, parámetros más importantes a tener en consideración

Este ensayo basa su implementación en la creación de un estado de tensiones biaxiales mientras se somete el material a flexión continuada hasta la fractura de la misma, para esto se apoya la muestra a ensayar sobre un sistema de tres puntos de apoyo como se muestra en la figura 3.9. Unas veces colocada y centrada la muestra se aplica una carga de compresión justo en el medio de la probeta mediante una 4 bolas.

Para el cálculo de los valores de resistencia se utilizó la solución analítica aportada por Borges<sup>3</sup> donde se demuestra que la tensión máxima es una función que depende de la carga aplicada el espesor de la muestra y su coeficiente de Poisson.

$$\sigma_{m\acute{a}x} = f \cdot \frac{F}{t^2} \quad (13)$$

<sup>3</sup> Andreas Borger, Peter Supancic, Robert Danzar. The ball on three balls test for strength testing of brittle discs: stress distribution in the disc. Journal of the European Ceramic Society 22 (2002) 1425–1436



donde  $F$  es la fuerza aplicada,  $t$  es el espesor de la muestra y  $f$  es un factor adimensional que viene dado por la ecuación:

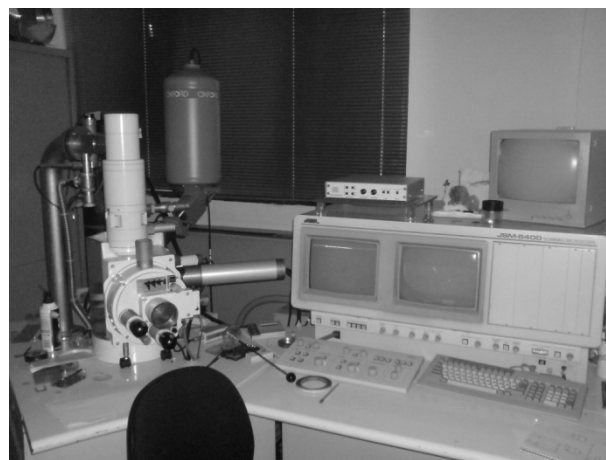
$$f = c_0 + \frac{(c_1 + c_2 \frac{t}{R} + c_3 (\frac{t}{R})^2 + c_4 (\frac{t}{R})^3)}{1 + c_5 \frac{t}{R}} \cdot \left(1 + c_6 \frac{R_a}{R}\right) \quad (14)$$

donde  $R$  es el radio del indentador,  $R_a$  es el radio de apoyo entre las tres bolas de soporte donde descansa la muestra y  $(c_1.....c_6)$  son coeficientes que están en función del coeficiente de Poisson del material.

### 3.6 - Microscopio Electrónico de Barrido (SEM)

El microscopio electrónico de barrido (en inglés SEM, Scanning Electron Microscopy) es un instrumento que permite la observación y caracterización superficial de materiales inorgánicos y orgánicos, entregando información morfológica del material analizado (*Figura 3.8*).

A partir de él se producen distintos tipos de señal que se generan desde la muestra con electrones enviados, que arroja la intensidad de la zona de la muestra, y que se utilizan para examinar muchas de sus características. Con él se pueden realizar estudios de los aspectos morfológicos de zonas microscópicas de distintos materiales, el tamaño y distribución de la fase carburo, así como de los defectos preexistentes en estos materiales y además del procesamiento y análisis de las imágenes obtenidas.



**Fig. 3.8:** Microscopio electrónico de Barrido modelo JEOL JSM 6400





En un SEM, el principio básico es la aceleración de los electrones en un campo eléctrico, con una diferencia de potencial, para aprovechar de esta manera su comportamiento ondulatorio, lo cual se lleva a cabo en el cañón del microscopio. Los electrones acelerados por un voltaje pequeño son utilizados para muestras muy sensibles (muestras biológicas sin preparación adicional u otras muy aislantes). Los altos voltajes se utilizan por ejemplo para muestras metálicas, ya que éstas en general no sufren daños como las biológicas, y de esta manera se aprovecha la menor longitud de onda para tener una mejor resolución.

A continuación, los electrones acelerados salen del cañón, y son enfocados por las lentes condensadora y objetiva, cuya función es reducir la imagen del filamento, de manera que incida en la muestra un haz de electrones lo más pequeño posible (para así tener una mejor resolución). Con las bobinas deflectoras se barre este fino haz electrones sobre la muestra, punto por punto y línea por línea.

Cuando el haz incide sobre la muestra, se producen muchas interacciones entre los electrones del mismo haz, y los átomos de la muestra. Por otra parte, la energía que pierden los electrones cuando entran en contacto con la superficie de la muestra, puede hacer que otros electrones salgan despedidos (electrones secundarios), y producir rayos X, electrones Auger, etc. El más común de éstos es el que detecta electrones secundarios, y es con el que se hacen la mayoría de las imágenes de microscopios de barrido.

El microscopio electrónico de barrido puede estar equipado con diversos detectores, entre los que se pueden mencionar: un detector de electrones secundarios para obtener imágenes de alta resolución SEI (Secondary Electron Image), un detector de electrones retrodispersados que permite la obtención de imágenes de composición y topografía de la superficie BEI (Backscattered Electron Image), y un detector de energía dispersiva EDS (Energy Dispersive Spectrometer) permite colectar los Rayos X generados por la muestra y realizar diversos análisis e imágenes de distribución de elementos en superficies pulidas



## 4- Análisis de los resultados

### 4.1 Mapas de daño

Los ensayos de indentaciones monotónicas fueron llevados a cabo para todos los tiempos de degradación seleccionados (0, 5, 10, 30, 60 hora) en un rango de carga entre 600 y 3000 N a intervalos de 100 N

#### 4.1.1- Mapas de daño para bolas de Diámetro = 2.5mm

	AS Muestra 1	AS Muestra 2	AS Muestra 3
1	1300 N	NO	NO
2	600.1 N	801 N	NO
3	700 N	902.6 N	2508 N
4	1100 N	1405 N	3011 N
5	1200 N	1008 N	2011 N
	D-5 Muestra 1	D-5 Muestra 2	D-5 Muestra 3
1	NO	800.3 N	NO
2	900 N	700.4 N	NO
3	1300 N	600.2 N	2513 N
4	1100 N	1000.1 N	3011 N
5	1400 N	1250 N	NO
	D-10 Muestra 1	D-10 Muestra 2	D-10 Muestra 3
1	700.7 N	1303 N	NO
2	1203 N	805 N	NO
3	600.5 N	905 N	NO
4	1101 N	800.2 N	NO
5	NO	1008 N	NO
	D-30 Muestra 1	D-30 Muestra 2	D-30 Muestra 3
1	1101 N	709 N	NO
2	1201 N	810 N	NO
3	1300 N	908 N	2511 N
4	1009 N	610 N	NO
5	1400 N	NO	3005 N
	D-60 Muestra 1	D-60 Muestra 2	D-60 Muestra 3
1	600.9 N	1002 N	3005 N
2	700 N	903.5 N	NO
3	1602 N	NO	2507 N
4	500.1 N	1302 N	NO
5	1450 N	1205 N	NO

Fig. 4.1: Mapas de indentación con esfera de indentación  $D = 2,5 \text{ mm}$

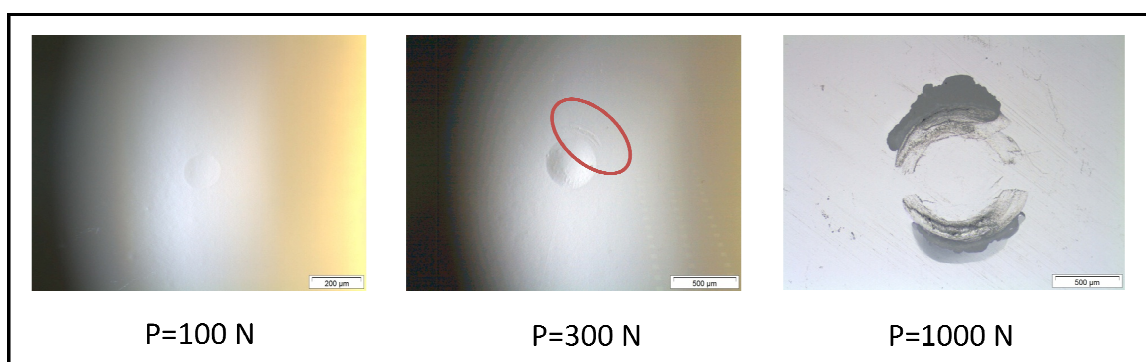


#### 4.1.2- Mapas de daño para bolas de Diámetro = 1 mm



**Fig. 4.2:** Mapas de indentación con esfera de indentación  $D = 1\text{ mm}$

Con diámetro de 1 mm fue imposible realizar los ensayos con los mismos niveles de carga que para impresores de 2.5 mm (antes expuestos), pues para valores superiores a los 300 N la bola de indentación penetra en la muestra y se produce contacto entre el soporte de la bola (indentador) y la superficie del material, como se muestra en la figura 4.1. Esto imposibilita realizar la medición de la huella residual.



**Fig. 4.3:** Huellas de indentación con esfera de indentación  $D = 1\text{ mm}$

#### 4.1.3- Mapas de daño para bolas de Diámetro= 5 mm

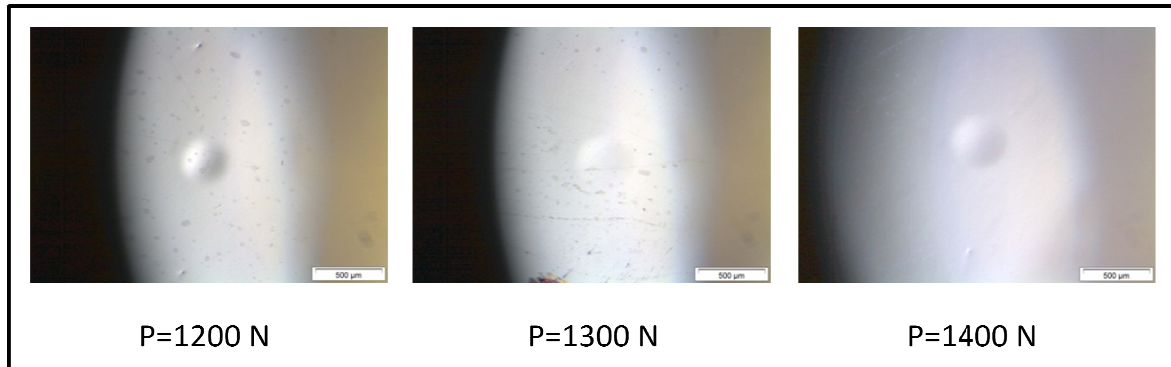
Para este diámetro de esfera fue imposible realizar indentaciones en nuestras muestras. Esto se debe a que al aumentar el radio de la esfera de indentación debemos elevar la carga de indentación y para valores superiores a los 3000 N, producto de las dimensiones de espesor de nuestras probetas para la mayoría de los casos se produce la fractura del material.

Para todas las cargas que aplicamos inferiores a los 3000 N no observamos generación de ningún fenómeno de daño en la superficie del material.



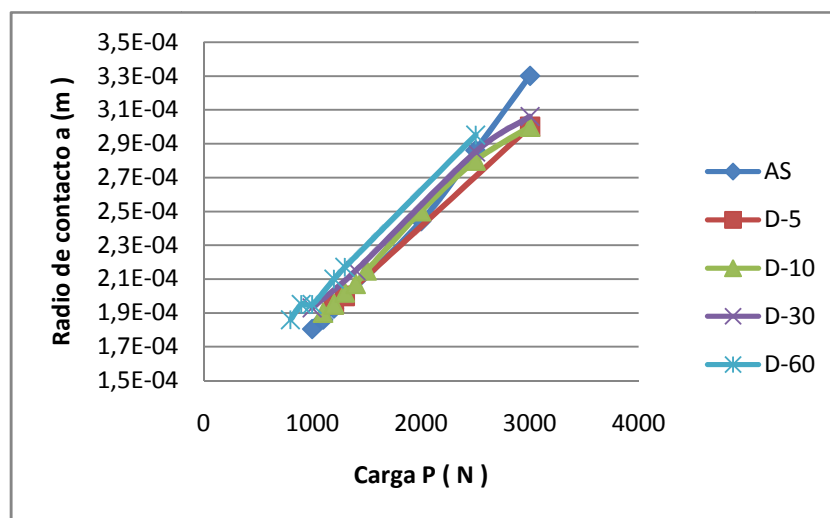
## 4.2- Imágenes de las huellas de indentación

Después de haber efectuado las indentaciones con esferas de diámetro 2,5 mm, se observa tal y como se ha descrito anteriormente las huellas con ayuda de un microscopio óptico. Como lo muestra la figura 4.4 se ven claramente la evolución del tamaño del radio de la huella en función de la carga aplicada para un mismo estadio del material.



**Fig. 4.4:** Huellas de indentación para diferentes cargas, con esfera de indentación  $D = 2.5 \text{ mm}$  sobre muestras después sinterización, sin degradar.

Como se muestra en la figura 4.5 el radio de la huella residual (deformación) generada por indentación aumenta progresivamente prácticamente siguiendo una función lineal a medida que aumentamos los valores de carga para un mismo estadio de degradación del material. Haciendo un análisis matemático de la relación entre carga y diámetro de la huella podemos decir que para cada incremento (X) de la carga, el radio de huella crece con un factor de aproximadamente igual a  $\sqrt{X}$



**Fig. 4.5:** Evolución del radio de contacto con la carga de indentación



Uno de los principales objetivos de esta investigación es la determinación de la carga crítica para la cual aparece daño en el material, la observación de las huellas generadas para los diferentes niveles de carga permite identificar este aspecto, evidenciando el mecanismo de formación de grietas anillo en la superficie del material.

La figura 4.6 muestra la evolución con carácter cualitativo de las huellas residuales de indentación en función de la carga ejercida para distintos tiempos de degradación.

Mientras la figura 4.7 se observan los valores de carga para los cuales hay aparición de grietas o daño en el material. Las observaciones sobre las muestras donde aparece daño producto de la indentación, muestra la aparición de grietas anillo alrededor de la huella de indentación.

Esto se explica debido a que el material sufre un campo de tensiones no uniforme bajo la superficie de contacto producto del cual algún defecto preexistente en esta región inicia una fisura que crece en la superficie hasta cerrarse formando un anillo en torno al contacto. En condiciones extremas la acumulación de este tipo de fisuras puede provocar el “pull out” (desconche) del material en la superficie.

Este comportamiento evidencia el mecanismo de cuasi-ductilidad que presenta este material. Demostrando lo descrito en literatura, referido a cuando la microestructura del material es inhomogénea y con fronteras de grano débiles, las fisuras anillo se deflecan a lo largo de las interfaces débiles, alejándose de las regiones sometidas a tensiones de tracción. Ello impide su desarrollo hacia la configuración de fisura cónica. Por lo cual podemos afirmar que será muy improbable que en este material se desarrolle una fisura de tipo cono.



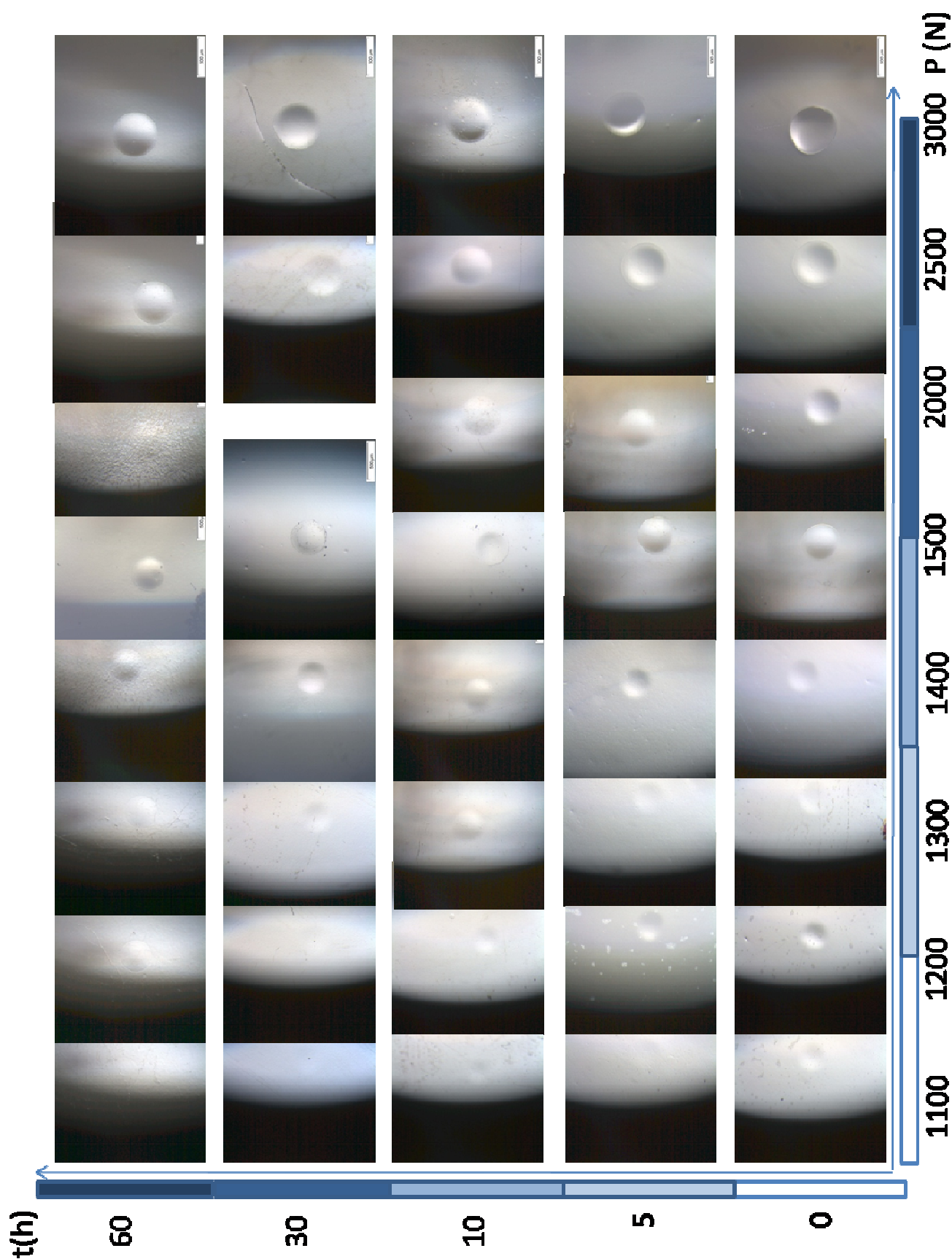
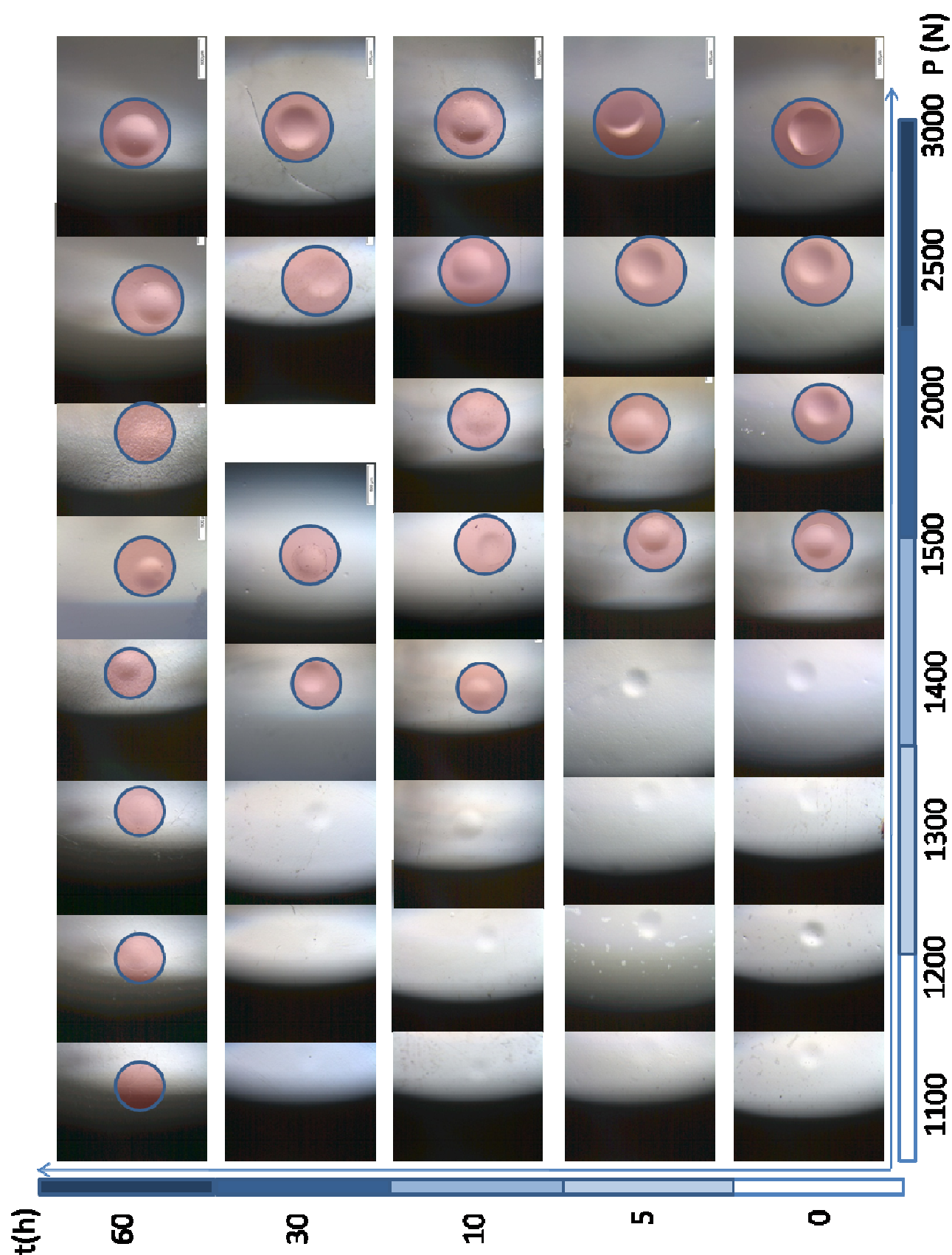


Fig. 4.6: Imágenes de huellas de indentación con evolución de la carga y del tiempo de degradación

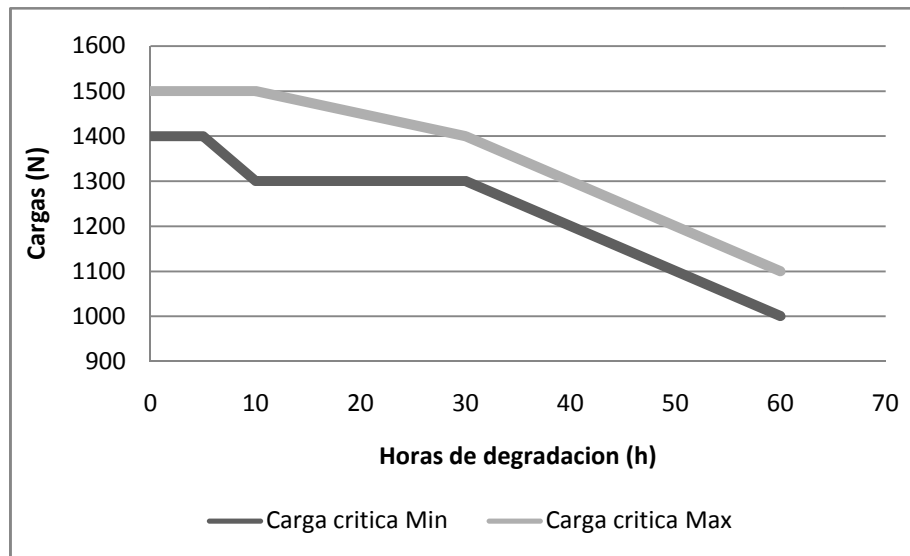






**Fig. 4.7:** Imágenes de huellas de indentación con evolución de la carga y del tiempo de degradación y cuando podemos observar apariciones de grietas





**Fig. 4.8:** Evolución de la carga crítica según los tiempos de degradación

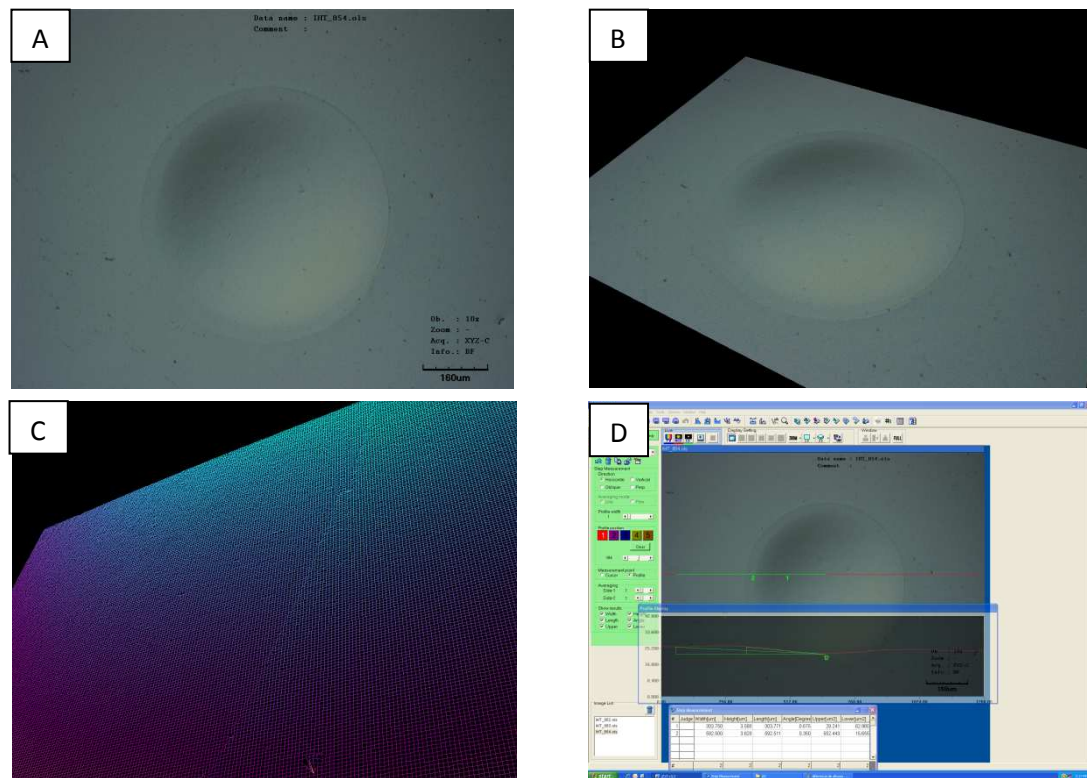
Al analizar los valores para los cuales tiene lugar la aparición de grietas en el material, podemos ver que la carga crítica para aparición del daño se reduce en función del tiempo de degradación, como se muestra en la figura 4.8. La caída la más importante se produce entre 30 y 60 horas donde la carga crítica disminuye de 29 %.

Este fenómeno se explica producto del incremento del porcentaje de fase monoclinica en la superficie del material a medida que se incrementa el tiempo de degradación. Puesto que la deformación cuasi-plástica se produce por defectos de deslizamiento o fallas de cizalladura microscópicas generadas en las interfaces débiles, y mientras más % de fase monoclinica tengamos mayor será el estado micro-agrietamiento en el material

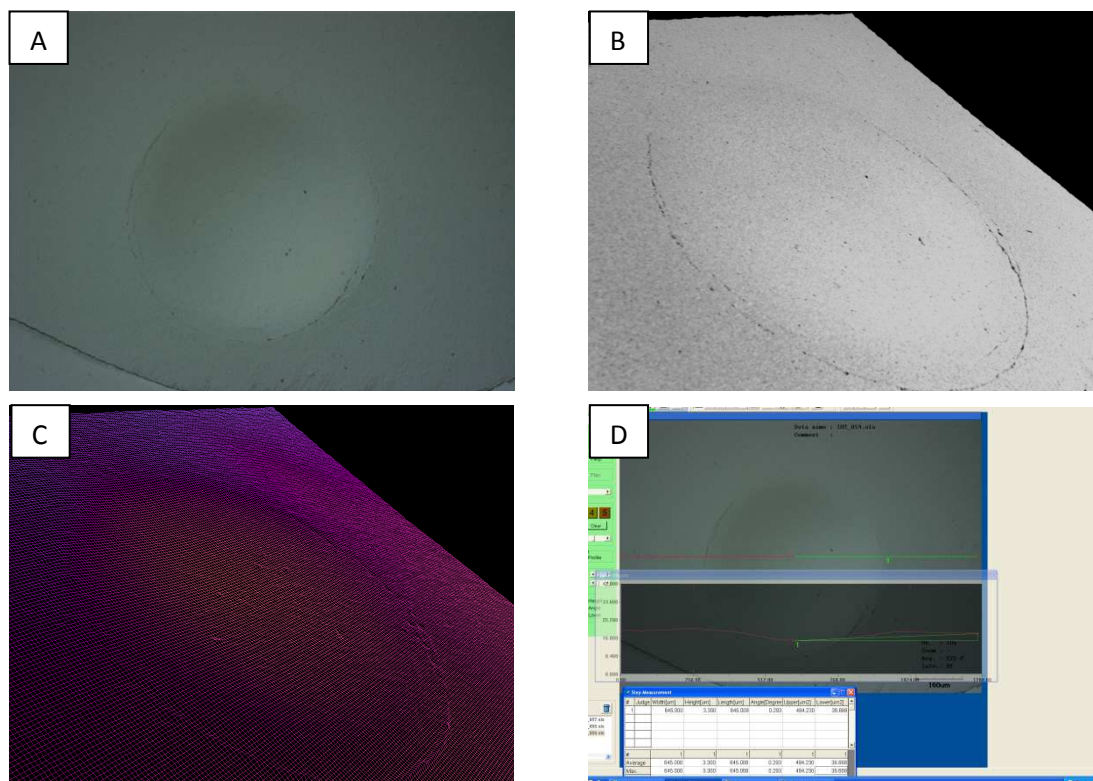
Para investigar un poco más el comportamiento del material hemos analizado el comportamiento del mismo sometido a los valores de carga más altos (3000 N), haciendo una evaluación de la superficie de las huellas con un microscopio óptico confocal de tipo Olympus LExT.





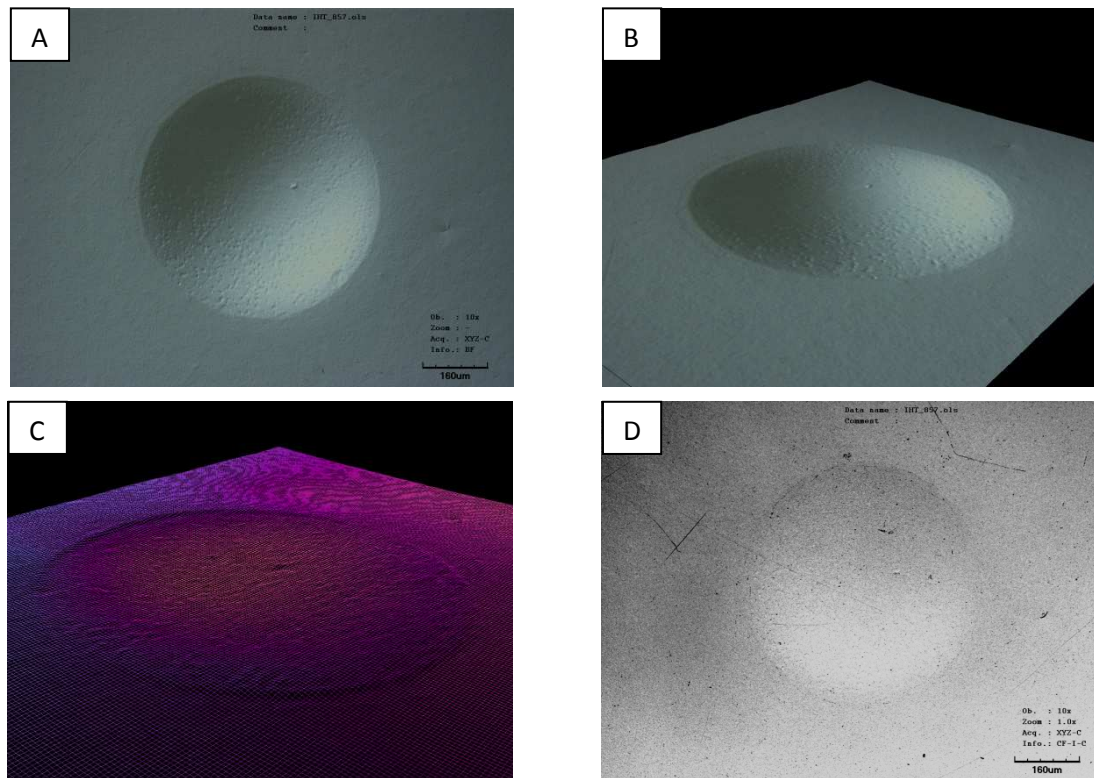


**Fig. 4.9:** Imágenes de huellas de indentación con detalle de grieta sobre muestra sin degradación



**Fig. 4.10:** Imágenes de huellas de indentación con detalle de grieta sobre muestra con 30 horas de degradación



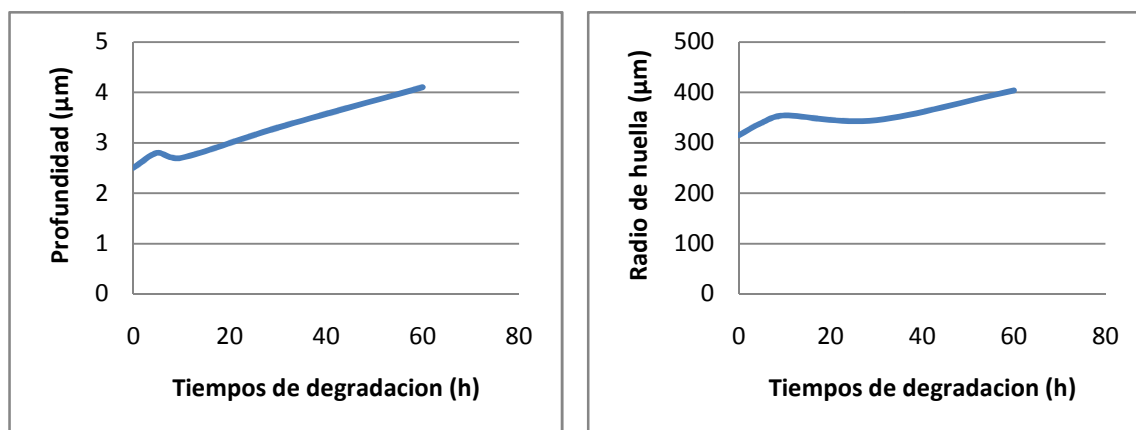


**Fig. 4.11:** Imágenes de huellas de indentación con detalle de grieta sobre muestra con 60 horas de degradación

Los detalles permiten de hacer comparación entre las superficies de huella. En efecto se observa que a misma carga, el material no reacciona de la misma manera sin degradación y con degradación (Figura 4.7A, 4.8A, 4.9A).

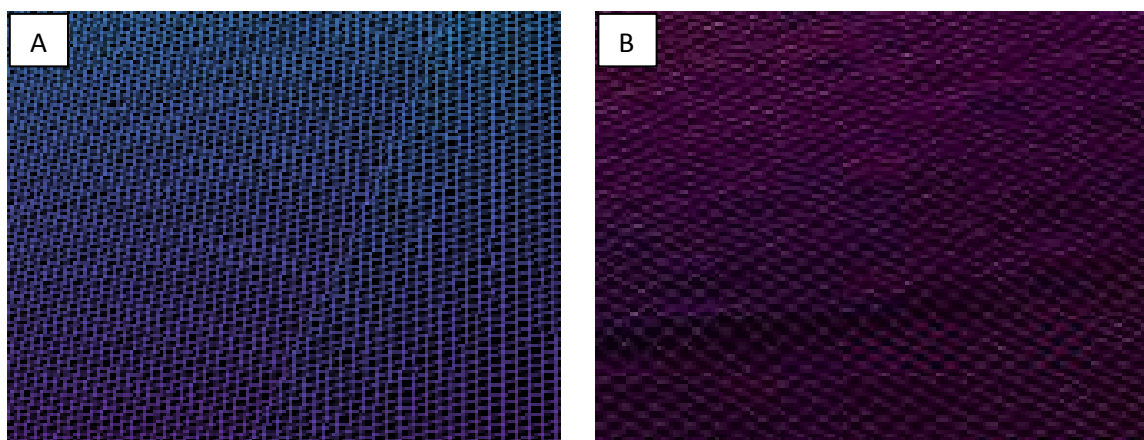
Degradacion (h)	Profundidad ( $\mu\text{m}$ )	Diametro ( $\mu\text{m}$ )	Radio ( $\mu\text{m}$ )
0	2,5	630,05	315,025
5	2,8	679,45	339,725
10	2,7	708,32	354,16
30	3,3	689,85	344,925
60	4,1	807,25	403,625





**Fig.4.12:** Evolución del radio de huella y de la profundidad con el tiempo de degradación

Estas observaciones mostraron fenómenos de pill-up en los que se observa que el comportamiento plástico del material se incrementa con el tiempo de degradación, esto se puede comprobar al analizar las imágenes entre los tiempos de 0 y 60 horas de degradación (*figura 4.13*). Este incremento es producto del aumento del porcentaje de fase monoclinica, la cual presenta un comportamiento más plástico que la fase tetragonal.



**Fig. 4.13:** Evolución del radio de huella y de la profundidad con el tiempo de degradación

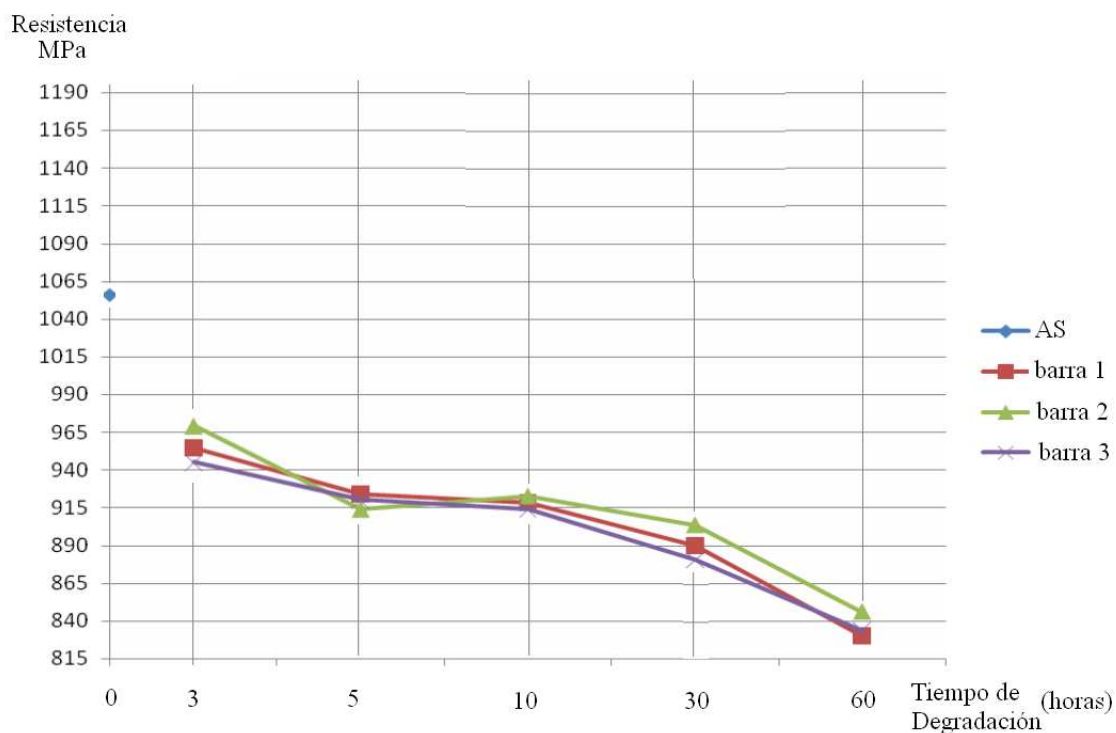
Además se puede observar que la grieta esta cada vez menos pronunciada a medida que aumentamos el tiempo de degradación.



### 4.3- Resistencia mecánica

Al realizar el análisis de la resistencia para los diferentes estadios de degradación del material, se evidencia una caída de los valores de la resistencia máxima para los materiales degradados en comparación con el material sin degradar. En la grafica de la figura 4.14 se ve como para el material sin degradar los valores promedio de la resistencia a flexión son de 1060 MPa. Esta caída es más pronunciada para cuando el material esta degradado por tiempos de 60 horas.

La pérdida de resistencia del material para tiempos de degradación de 3 horas equivale a un 8 %, mientras que para tiempos de 60 % la caída de la resistencia equivale a un descenso aproximado de un 20%.



**Fig. 4.14:** Evolución de la resistencia con el tiempo de degradación

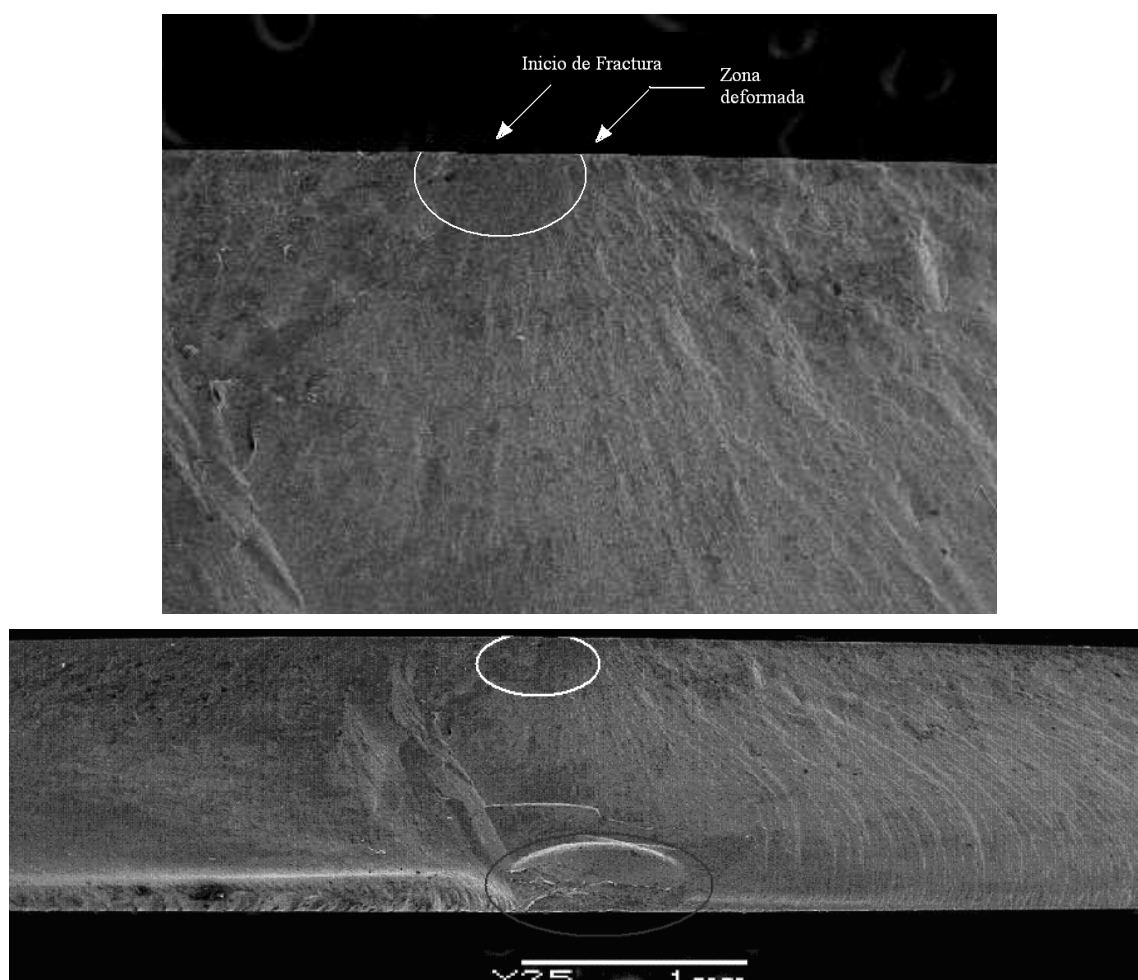
Aquí debemos destacar que los valores calculados de resistencia están en función de la huella residual que se genera en un inicio por la indentación monotónica. Esto no representa de manera precisa la resistencia del material, pero si nos permite hacer un análisis cuantitativo de cómo se comporta la resistencia en función de la



degradación pues para todos los ensayos se utiliza la misma carga previa de indentación de 1000 N y el mismo tipo de indentador.

Para obtener un valor preciso de la resistencia del material se deben realizar ensayos de flexión para probetas donde no se hayan generado huellas de indentación.

Una vez realizados los ensayos de flexión, se analizó la sección de fractura de las probetas para determinar el origen y mecanismo de fractura. Para estos análisis se utilizó la observación por Microscopía Confocal y Microscopía electrónica (SEM). La observación de las zonas de fractura evidenció claramente como el inicio de fractura se formaba en la zona de indentación, dentro de la zona deformada plásticamente que se genera producto de la indentación (*figura 4.15*). La zona señalada abajo corresponde a un mecanismo de fractura (desconche) producto de las características del ensayo. Este desconche es producido por la aplicación de carga posterior a la rotura de la muestra.

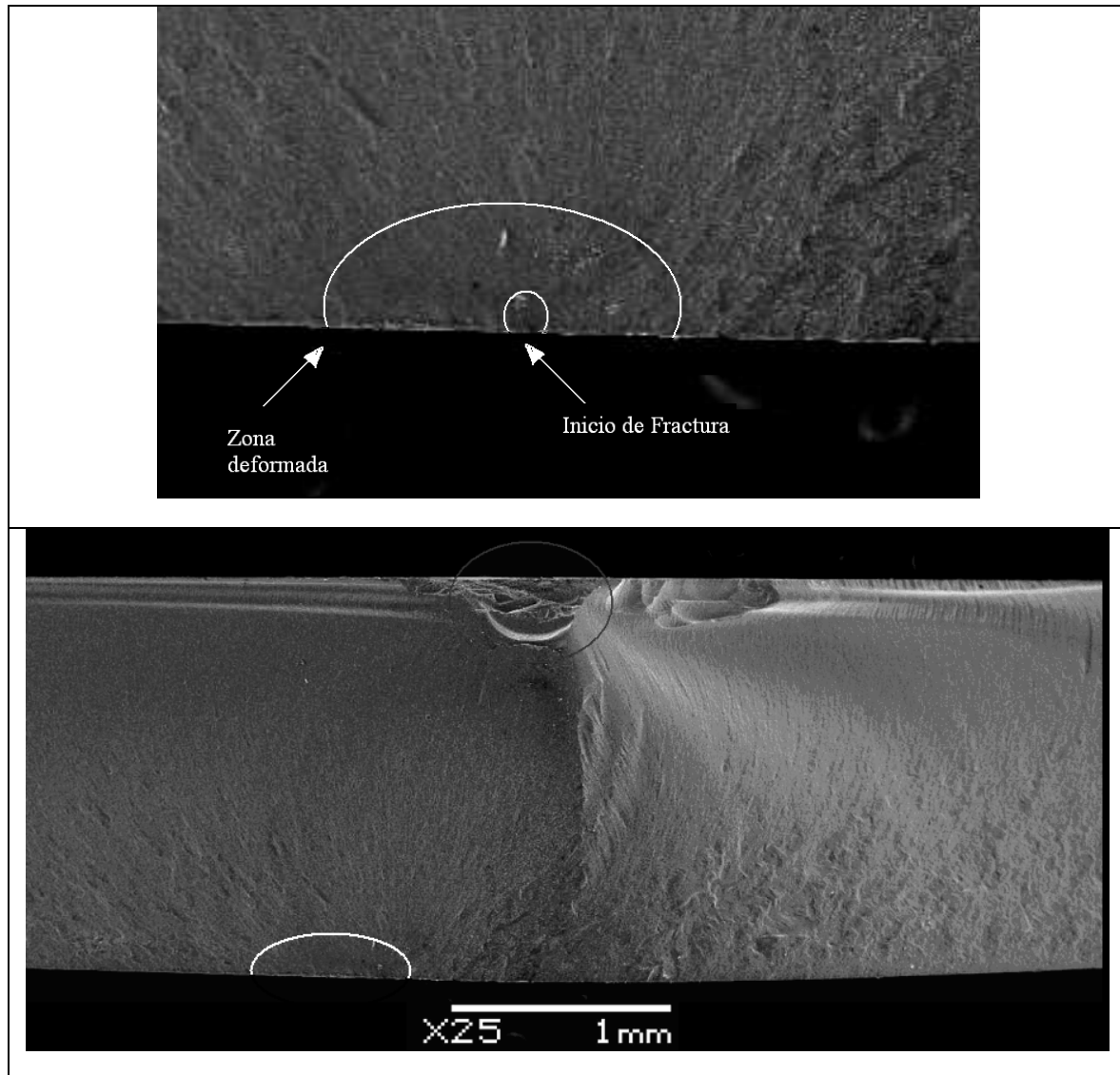


**Fig. 4.15:** Observaciones de la sección transversal de fractura del material con 60 horas de degradación por microscopía electrónica. Relieve de fractura





La observación de la zona de deformación plástica bajo la huella de indentación corrobora el comportamiento cuasi-plástico del material. Este comportamiento también se evidencia al analizar la huella de indentación por microscopía confocal producto de la observación del fenómeno de pill-up.



**Fig. 4.16:** Observaciones de la sección transversal de fractura del material con 30 horas de degradación por microscopía. Relieve de fractura



### 4.3-Influencia de la degradación sobre las propiedades

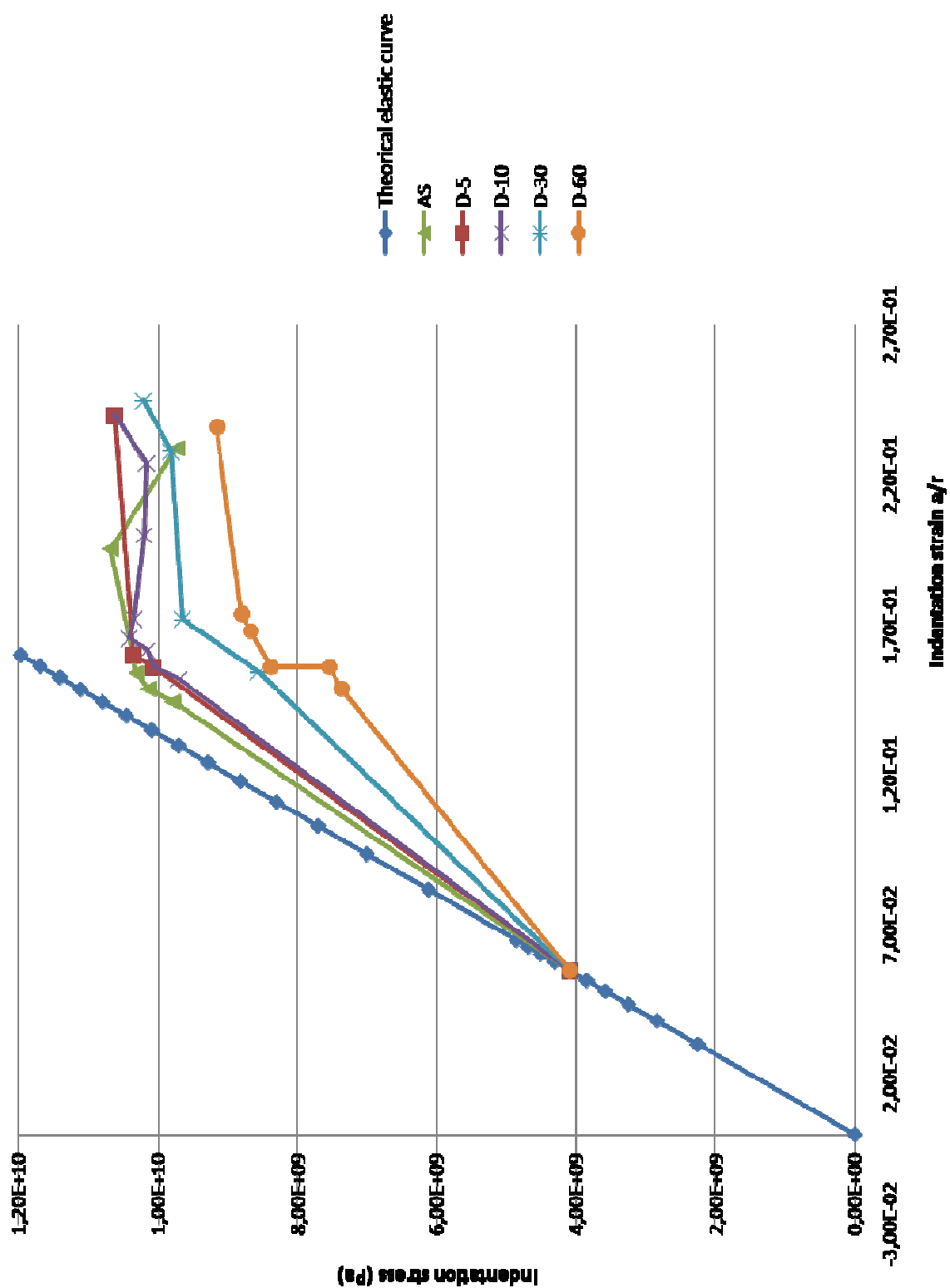


Fig. 4.17: Evolución de la tensión de indentación en función de la deformación para diferentes tiempos de degradación



Para obtener este grafico tenemos que representar en primer lugar el comportamiento elástico del material.

Para la representación del grafico calculamos la presión media en la superficie de contacto, denominada  $p_0$ , definida por  $p_0 = \frac{P}{\pi a^2}$  con  $P$  la carga que aplicamos y  $a$  el radio teórico de huella dado como  $a = \frac{4k \cdot P \cdot r}{3E}$  donde  $k = \frac{9}{16} \left[ (1-\nu^2) + (1-\nu'^2) \frac{E}{E'} \right]$

Como se ha explicado en la epígrafe 2.3.2  $p_0 = \left( \frac{3E}{4\pi k} \right) \cdot \frac{a}{r}$

Así obtenemos la curva elástica representada en la figura 4.17.

La parte plástica de las curvas de la figura 4.17 está representada en función de los valores experimentales de radio de huellas que se obtienen cada carga en función del tiempo de degradación.

El punto donde termina la zona elástica está definido como  $P_0 = H_v/3$ . Conociendo que la dureza de nuestro material está entre 10 y 12 GPa, obtenemos un límite elástico de 4 GPa.





## 5- Conclusiones

Los resultados obtenidos muestran que a medida que se incrementa la degradación en el material 3Y-TZP se produce una caída de sus propiedades mecánicas iniciales volviéndose mas dúctiles.

La observación de las huellas de indentación para diferentes tiempos de degradación permite corroborar los estudios anteriores, sobre como evoluciona la microestructura y el comportamiento mecánico en función de los niveles de degradación.

Los resultados confirman:

- Que se produce un aumento del radio de la huella de indentación con el incremento de la carga, para un mismo estadio del material.

Que a medida que aumenta el tiempo de degradación:

- Aumenta el radio de huella residual para una misma carga.
- Decrece el valor de carga critica para la aparición de grietas
- Aumenta el fenómeno de pill-up.
- Aumenta la profundidad de la huella.
- Disminuyen las propiedades elásticas y se incrementa la deformación plástica.
- Aparecen otros mecanismos de daño de desconche superficial (pull-up)

Podemos afirmar que el aumento de la plasticidad de este material es una función directamente proporcional al tiempo de degradación, producto del incremento de fase monoclínica.



## 6- Coste económico

El principal coste fue material fungible (pasta de diamante y sílica coloidal) para pulir las muestras. A continuación se presenta una estimación del coste total.

Material	Cantidad	Precio total €
Polvo 3YTZP Tosoh	120g	13,95
Horno	14h	70
Encastradora	2h	20
Bakelita de embutición Struers	≈ 8	0,03
Disco corte Struers 330 CA	1	634,73
Sesión de cortadora	6h	60
Lubricante Amples	2 l	97,3
Pasta de diamante Amplex Superabrasives 30µm	1 l	109,5
Pasta de diamante Amplex Superabrasives 6µm	0,4 l	37
Pasta de diamante Amplex Superabrasives 3µm	0,4 l	37
Suspensión Coloidal Sílica Buehler Mastermat 2	0,8 l	150,4
Panos de preparacion ceramica	4	600
Disolvente, Papel...		30
Sesión de pulidora	25h	250
Maquina de ensayo Instron	70 Ens.	4900
Microscopio confocal	5h	200
Microscopio optico	25h	500
Sesión de SEM	3 h	90
Durometro FRANK	5h	50
Bola de indentacion	12	24
Ingeniro senior	150h	6000
Jefe de proyecto	20h	1200
Tecnicos de laboratorio	30h	750
	precio total	15823,91

## 7- Impacto medioambiental

El principal impacto medioambiental es el uso de agua durante el proceso de pulido pero también el corriente eléctrico del horno usado mientras el proceso de sinterización. El horno de la marca Hoversal usa a veces puntualmente corriente hasta 10A para aumentar y mantener la temperatura durante el proceso de sinterización. Éste uso era intrínseco a la necesaria utilización del horno. Hay también todo el papel utilizado por los artículos, el proyecto y los 5 CD-ROM utilizado por 1 fichero de 15 Mo...



## 8- Referencias Bibliográficas

- [1] WOLFRAM WEBER AND WOLFHART RIEGER, "ZrO<sub>2</sub>-TZB in Dentistry" – Material, Properties and Applications, Key Engineering Materials Vols. 192-195 (2001) pp.929-932
- [2] R.C. GARVIE, R.H. HANNINK Y R.T. PASCOE. "Ceramic steel?" Nature258(1975):703-4
- [3] D.J. GREEN, R.H. HANNINK Y M.V. SWAIN, "Transformation Toughening of Ceramics". Boca Ratón (FL) CRC Press Inc, 1989
- [4] R.M. McMeeking y A.G. Evans "Mechanics of transformation toughening in brittle materials", J. Am. Ceram. Soc. 65 (1982): 242-246
- [5] F, PRADIÉS RAMIRO G, SUÁREZ GARCÍA MJ, RIVERA GÓMEZ B. "Cerámicas dentales: clasificación y criterios de selección"
- [6] RAVIKIRAN CHINTAPALLI, "Effect of Low Temperature Degradation on Wear Behaviour of 3Y-TZP Ceramics", September 2008
- [7] S.FRANGINI, C. PICONI, A. DI BARTOLOMEO AND G. MAGNANI, "Transformation Kinetics of Y-TZP Cirkon Ceramics in Simulated Physiological Solution", Key Engineering Materials Vols. 192-195 (2001) pp.557-560
- [8] F.F. LANGE, G.L. DUNLOP, B.I. DAVIS, J. Amer. Ceram. Soc., 69 (1986) 237
- [9] K. KOBAYASHI, H. KUWAJIMA Y T. MASAKI, "Phase Change and Mechanical Properties of ZrO<sub>2</sub>-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Solid Electrolyte after Aging", Solid State Ionics 3 [4] (1981): 489-95
- [10] M. WATANABE, S. LIO Y I. FUKUURA, "Aging Behavior of Y-TZP", *Advances in Ceramics: Science and Technology of Cirkon II*, (Eds. N. Claussen, M. Ruhle y A.H. Heuer), Am. Ceram. Soc., Columbus OH, (1984): 391-98.
- [11] T. SATO Y M. SHIMADA, "Transformation of Yttria-Doped Tetragonal ZrO<sub>2</sub> Polycrystals by Annealing in Water", J. Am. Ceram. Soc 68 [6] (1985): 356-59
- [12] J.-F. LI Y R. WATANABE, "Phase Transformation in Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Partially-Stabilized ZrO<sub>2</sub> Polycrystals of Various Grain Sizes during Low-Temperature Aging in Water", J. Am. Ceram. Soc., 81 [10] (1998): 2687-91
- [14] J.SWAB "Low temperature degradation of Y-TZP materials" J.Mater.Sci 26(1991):6706–14
- [13] M. YOSHIMURA, T. NOMA,K. KAWABATA, S. SOMIYA, J. Mater. Sci. Letter, 6 (1987) 465
- [14] ISABELLE DENRYA AND J. ROBERT KELLYB, State of the art of Cirkon for dental applications, dental materials 24 (2008 ) 299–307 [<http://www.sciencedirect.com>]
- [15] BEAUPRE GS, CARTER DR. 1992. *Finite element analysis in biomechanics*. In: Biewener AA, Biomechanics—structures and systems. Oxford: Oxford University Press. p149–174.
- [16] SAIKKO V, CALONIUS O, KERÄNEN J. *Effect of slide track shape on the wear of ultra-high molecular weight polyethylene in a pin-on-disk wear simulation of total hip prosthesis*. J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater, 2004, 69B, 141-148.
- [17] SAIKO, V. CALONIUS O. : *An improved method of computing the wear factor for total hip prostheses involving the variation of relative motion and contact pressure with location on the bearing surface*. J Biomechanics 2003



- [18] H. HERTZ. "*Hertz's Miscellaneous Papers*". Macmillan, Londres, Reino Unido, 1896.
- [19] S. TIMOSHENKO Y J.N. GOODIER. "*Teoría de la elasticidad*". Urmo, Bilbao, España, 2a edición, 1975.
- [20] R. SCHMITT, T. FETT Y D. MUNZ, "*Cyclic fatigue of Circona*" Fatigue Fract. Engng Mater. Struct. 19 (1996): 1411-20
- [21] J. ALCALÁ Y M. ANGLADA "*Fatigue and static propagation in yttria-stabilized Circona polycrystals: crack growth micromechanisms and precracking effects*" J. Am. Ceram. Soc. 80 (1997): 2759-72
- [22] J. ALCALÁ Y M. ANGLADA "*High-temperature crack growth in Y-TZP*" Mat. Sci. Eng. A. 232 (1997):103-9
- [23] K. L. JOHNSON. "*Contact Mechanics*". Cambridge University Press, Londres, Reino Unido, 1985.
- [24] F. C. FRANK Y B. R. LAWN. "*On the theory of hertzian fracture*". Proc. R. Soc. London, A299(1458):291–306, 1967.
- [25] LAWN B. R. Y R. WILSHAW. "*Review. indentation fracture: Principles and applications*". J. Mater. Sci., 10(6):1049–1081, 1975.
- [26] F. GUIBERTEAU, N.P. PADTURE, H. CAI, Y B. R. LAWN. "*Indentation fatigue: A simple cyclic hertzian test for measuring damage accumulation in polycrystalline ceramics*". Philos. Mag., A68(5):1003–16, 1993
- [27] LAWN, B.R., PADTURE, N.P., CAI, H., AND GIBERTEAU, F. "*Making ceramics "ductile".*" Science 263 (1994): 1114-1116.
- [28] ROESLER, F. C. 1956a Proc. Phys. Soc. B 69, 55
- [29] TILLET, J. P. A. 1956 Proc. Phys. Soc. B 69, 47
- [30] LAWN, B.R. "*Indentation of ceramics with spheres: a century after Hertz.*" J. Am. Ceram. Soc. 81.8 (1998): 1977-1994.
- [31] M. JASTY, "*Clinical review: Particulate debris and failure of total hip replacements,*" J. Biomater. Appl., 4 (1993): 273–276.
- [32] RHEE, Y.-W., KIM, H.-W., DENG, Y., AND LAWN, B.R. "*Brittle fracture versus quasi plasticity in ceramics: a simple predictive index.*" J. Am. Ceram. Soc. 48.3 (2001): 561-565.
- [33] SYLVAIN DEVILLE, JÉRÔME CHEVALIER, LAURENT GREMILLARD. "*Influence of surface finish and residual stresses on the ageing sensitivity of biomedical grade circonia.*" Biomaterials 27 2186–2192 (2006).
- [34] JEROME CHEVALIER, Materials Science Department, National Institute of Applied Sciences (GEMPPMINS), Associate Research Unit 5510, 20, av. A. Einstein, 69621 Villeurbanne Cedex, France.
- [35] S. DEVILLE, L. GREMILLARD, J. CHEVALIER, G. FANTOZZI. "*A Critical Comparison of Methods for the Determination of the Aging Sensitivity in Biomedical Grade Yttria-Stabilized Zirconia*" J Biomed Mater Res B: Appl Biomater 72B (2005): 239

